



저작자표시-변경금지 2.0 대한민국

이용자는 아래의 조건을 따르는 경우에 한하여 자유롭게

- 이 저작물을 복제, 배포, 전송, 전시, 공연 및 방송할 수 있습니다.
- 이 저작물을 영리 목적으로 이용할 수 있습니다.

다음과 같은 조건을 따라야 합니다:



저작자표시. 귀하는 원저작자를 표시하여야 합니다.



변경금지. 귀하는 이 저작물을 개작, 변형 또는 가공할 수 없습니다.

- 귀하는, 이 저작물의 재이용이나 배포의 경우, 이 저작물에 적용된 이용허락조건을 명확하게 나타내어야 합니다.
- 저작권자로부터 별도의 허가를 받으면 이러한 조건들은 적용되지 않습니다.

저작권법에 따른 이용자의 권리는 위의 내용에 의하여 영향을 받지 않습니다.

이것은 [이용허락규약\(Legal Code\)](#)을 이해하기 쉽게 요약한 것입니다.

[Disclaimer](#)

공학석사학위논문

펄스 직류 인가 후처리를 이용한
핵융합로 대면재용 텅스텐 피막의
기계적 물성 향상

**Improvement of Mechanical property of Air Plasma
Sprayed Tungsten film for Plasma-facing components
in Nuclear Fusion Reactor using Pulsed direct current
treatment**

2015년 2월

서울대학교 대학원

재료공학부

이 유 정

초 록

핵융합 발전이 ‘인공태양’이라 불리며 미래의 에너지원으로 각광받음에 따라 국제원자력 기구(IAEA)의 지원 하에 유럽연합(27개국), 미국, 일본, 중국, 러시아, 인도 와 함께 우리나라는 ITER라 불리는 국제열핵융합실험로 건설 사업의 참여국으로 포함되어 핵융합 연구를 활발하게 진행하고 있다. 또한 ITER 국제 사업뿐 아니라 KSTAR 라는 한국형 핵융합연구장치를 건설하여 다양한 연구활동을 진행하고 있다. 본 연구의 목적은 핵융합로 내 반응 플라즈마를 대면하는 재료인 텅스텐 피막의 기계적 물성을 경도를 기준으로 하여 측정한 뒤, 측정한 물성을 증가시킬 수 있는 후처리(後處理) 방안을 찾는 것이다.

차세대 핵융합로의 플라즈마 대면소재로 고려되고 있는 텅스텐 피막의 물성 개선을 위해 다양한 후처리 방법들이 연구되고 있다. 텅스텐 피막 제조 방법인 상압 플라즈마 용사법은 공정 상 불가피하게 텅스텐 박막 층에 많은 스플랫 바운더리(Splat boundary)를 형성시킨다. 스플랫 바운더리는 피막 내 기공도(porosity)의 대부분을 차지하는 빈 공간으로써 텅스텐 산화물로 둘러 쌓여 있으며 미세구조의 측면에서 결함으로 작용하여 텅스텐 박막의 기계적 물성을 저해하는 주요한 요인이 된다. 텅스텐 피막의 기계적 물성을 향상시키기 위해서 진공 열처리, 분위기 열처리, 가압 열처리 등을 활

용한 여러 연구가 진행되었지만, 그 효과가 미미한 것으로 보고되었다. 실제로 900℃에서 1시간 동안 0.001torr 진공열처리를 진행하고, 더 나아가 각각 2kN, 3kN의 힘을 가하는 가압 열처리(0.1torr Ar 가스 분위기)를 통한 후처리 작업 후 미소경도를 측정해 본 결과, 증착 직후 시편은 122.04hv의 경도를, 진공열처리 시편은 134.97hv, 가압 진공열처리 시편은 개별 온도, 압력 조건에 따라 260~280hv 정도의 경도 값을 나타내었다.

본 연구에서는 텅스텐 피막에 고주파의 펄스 전류를 인가한 가압 열처리를 하였다. 이 후처리가 시행된 텅스텐 피막 시편을 광학현미경과 주사전자현미경으로 관찰한 결과, 스플랫 바운더리의 비율이 감소한 것을 확인하였고, 결정립의 변화 여부를 관찰하기 위해 실시한 후방전자산란회절 실험을 통해 그 스플랫 바운더리의 감소 경향을 보다 뚜렷하게 확인할 수 있었다. 또한 미소 경도 시험 결과, 기존 122.04HV에서 363HV로, 약 240HV 정도의 경도 증가를 보여 기계적 물성이 크게 증가하였음을 확인할 수 있었다.

주요어: 플라즈마 대면재, 텅스텐 피막, 상압 플라즈마 용사, 스플랫 바운더리, 미소압입시험, 경도, 기계적 물성, 펄스 전류 인가 가압 열처리

학번: 2013-20616

목 차

초록	i
목차	iii
LIST OF FIGURES	iv
LIST OF TABLES	x
1. 서론	1
2. 이론적 배경	11
2.1 핵융합로 대면소재의 역할 및 텅스텐의 적합성	11
2.1.1 핵융합로의 가둠 모델: 토카막	11
2.1.2 토카막 내 대면소재	16
2.1.3 대면소재로써의 텅스텐	17
2.2 텅스텐 피막과 상압 플라즈마 용사법	18
2.3 미소 압입 시험법	22
2.4 전자후방산란 회절	26
3. 실험 방법	32
3.1 실험 순서	32
3.2 시편 준비 및 후처리 요약	33
3.3 펄스 직류 인가 후처리	36
3.4 미소 압입 시험	38
3.5 전자 후방 산란 회절 분석	39
4. 결과 및 고찰	40
4.1 기준시편 미세조직 관찰 및 경도 측정	40
4.2 후처리 공정 별 미세조직 변화 비교	47
4.3 후처리 공정 별 경도 향상 폭 비교	66
5. 결론	72
참고문헌	74

LIST OF FIGURES

Fig. 1 Projected future source of Energy Supplies (BP, Energy Outlook 2030)

Fig. 2 Projections of population and Energy Growth (BP, Energy Outlook)

Fig. 3 The recoverable deposits and remaining years worldwide (BP, Statistical Review of World Energy 2010(2010)

Fig. 4 Interior of tokamak fusion reactor Joint European Torus at Culham, U.K.(Courtesy Joint European Torus) [7]

Fig. 5 Schematic diagram of Tokamak (Toroidal and Poloidal Fields) [3]

Fig. 6 Schematic representation of asymmetric rolling

Fig. 7 Reactor model PPCS-S (left) [9] and a divertor cassette (right) [10]

Fig. 8 ITER divertor indicating the main components [9]

Fig. 9 Schematic figure of Plasma Spray. [21]

Fig. 10 Schematic system of Air Plasma Spray Process [21]

Fig. 11 An indentation force-displacement curve in which several important parameters [23]

Fig. 12 Schematic diagram of EBSD detector

Fig. 13 Formation of EBSD KiKuchi Diffraction pattern

Fig. 14 Various EBSD maps (a) Inverse Pole Figure ND map (b) Grain Boundary map (c) Image Quality map (d) Phase map [25]

Fig. 15 (a) Schematic figure of post treatment induced by high frequency pulsed electric current (up) (b) Post treatment induced by pulsed electric direct current using spark plasma sintering machine(down)

Fig. 16 An optical image of cross section of the as-sprayed W film

Fig. 17 EBSD image of cross section of the as-sprayed W film

Fig. 18 SEM image of cross section of the as-sprayed W film

Fig. 19 An optical image of the indent mark

Fig. 20 (a)Optical image and (b)SEM image of cross section of Vacuum heat treatment in 1 hour at 900°C

Fig. 21 Optical image of cross section of pressurized heat treatment (Left) Pulsed direct current treatment (Right) both at 900°C with pressure of 25MPa during 10minutes

Fig. 22 Optical image of cross section of pressurized heat treatment (Left) Pulsed direct current treatment (Right) both at 900°C with pressure of 38MPa during 10minutes

Fig. 23 Optical image of cross section of pressurized heat treatment (Left) Pulsed direct current treatment (Right) both at 1000°C with pressure of 25MPa during 10minutes

Fig. 24 Optical image of cross section of pressurized heat treatment (Left) Pulsed direct current treatment (Right) both at 1000°C with pressure of 38MPa during 10minutes

Fig. 25 Optical image of cross section of pressurized heat treatment (Left) Pulsed direct current treatment (Right) both at 1100°C with pressure of 25MPa during 10minutes

Fig. 26 Optical image of cross section of pressurized heat treatment (Left)

Pulsed direct current treatment (Right) both at 1100°C with pressure of 38MPa during 10minutes

Fig. 27 SEM image of cross section of pressurized heat treatment (Left) and

Pulsed direct current treatment (Right) both at 900°C with pressure of 25MPa during 10minutes

Fig. 28 SEM image of cross section of pressurized heat treatment (Left) and

Pulsed direct current treatment (Right) both at 900°C with pressure of 38MPa during 10minutes

Fig. 29 SEM image of cross section of pressurized heat treatment (Left) and

Pulsed direct current treatment (Right) both at 1000°C with pressure of 25MPa during 10minutes

Fig. 30 SEM image of cross section of pressurized heat treatment (Left) and

Pulsed direct current treatment (Right) both at 1000°C with pressure of 38MPa during 10minutes

Fig. 31 SEM image of cross section of pressurized heat treatment (Left) and

Pulsed direct current treatment (Right) both at 1100°C with pressure of 25MPa during 10minutes

Fig. 32 SEM image of cross section of pressurized heat treatment (Left) and

Pulsed direct current treatment (Right) both at 1100°C with pressure of 38MPa during 10minutes

Fig. 33 EBSD image of cross section of pressurized heat treatment (Left) and Pulsed direct current treatment (Right) both at 900°C with pressure of 25MPa during 10minutes

Fig. 34 EBSD image of cross section of pressurized heat treatment (Left) and Pulsed direct current treatment (Right) both at 900°C with pressure of 38MPa during 10minutes

Fig. 35 EBSD image of cross section of pressurized heat treatment (Left) and Pulsed direct current treatment (Right) both at 1000°C with pressure of 25MPa during 10minutes

Fig. 36 EBSD image of cross section of pressurized heat treatment (Left) and Pulsed direct current treatment (Right) both at 1000 °C with pressure of 38MPa during 10minutes

Fig. 37 EBSD image of cross section of pressurized heat treatment (Left) and Pulsed direct current treatment (Right) both at 1100°C with pressure of 25MPa during 10minutes

Fig. 38 EBSD image of cross section of pressurized heat treatment (Left) and Pulsed direct current treatment (Right) both at 1100°C with pressure of 38MPa during 10minutes

Fig. 39 Pole figure map of (110) plane of each specimens. pressurized heat treatment (Left) and Pulsed direct current treatment (Right) (a) both at 900°C

with pressure of 25MPa during 10minutes. (b) both at 1000°C with pressure of 38MPa during 10minutes. (c) both at 1000°C with pressure of 25MPa during 10minutes. (d) both at 1000°C with pressure of 38MPa during 10minutes. (e) both at 1100°C with pressure of 25MPa during 10minutes. (f) both at 1100°C with pressure of 38MPa during 10minutes.

Fig. 40 Misorientation angle profile of each specimens.

pressurized heat treatment (Left) and Pulsed direct current treatment (Right)

(a) both at 900°C with pressure of 25MPa during 10minutes. (b) both at 1000°C with pressure of 38MPa during 10minutes. (c) both at 1000°C with pressure of 25MPa during 10minutes. (d) both at 1000°C with pressure of 38MPa during 10minutes. (e) both at 1100°C with pressure of 25MPa during 10minutes. (f) both at 1100°C with pressure of 38MPa during 10minutes.

Fig. 41 Grain size distribution.

pressurized heat treatment (Left) and Pulsed direct current treatment (Right)

(a) both at 900°C with pressure of 25MPa during 10minutes. (b) both at 1000°C with pressure of 38MPa during 10minutes. (c) both at 1000°C with pressure of 25MPa during 10minutes. (d) both at 1000°C with pressure of 38MPa during 10minutes. (e) both at 1100°C with pressure of 25MPa during 10minutes. (f) both at 1100°C with pressure of 38MPa during 10minutes.

Fig. 41 Grain size distribution.

pressurized heat treatment (Left) and Pulsed direct current treatment (Right)

(a) both at 900°C with pressure of 25MPa during 10minutes. (b) both at 1000°C

with pressure of 38MPa during 10minutes. (c) both at 1000 °C with pressure of 25MPa during 10minutes. (d) both at 1000 °C with pressure of 38MPa during 10minutes. (e) both at 1100 °C with pressure of 25MPa during 10minutes. (f) both at 1100 °C with pressure of 38MPa during 10minutes.

Fig. 42 Hardness comparison between several conditions in pressurized heat treatment with Thermecmastor

Fig. 43 Hardness comparison between several conditions in high frequency Pulsed direct current treatment

LIST OF TABLE

Table 1 Hardness comparison between each post treatment applied in this research

1. 서론

현재 세계 에너지 소비의 80% 이상은 화석연료에 의존하고 있고 이 추세는 향후 수십 년 동안 큰 변화가 없을 것으로 보인다. BP(British Petroleum)의 보고서에 따르면 2009 년 기준, 석유 1 조 3,331 억 배럴(45.7 년), 천연가스 187.5 조 m^3 (62.8 년), 석탄 8,260 억톤(119 년) 정도가 채굴 가능한 자원량의 전부이다. (그림 3) 게다가 현재 원자력 발전의 대부분을 차지하고 있는 우라늄도 70 여 년 후에 고갈된다. 고갈을 앞둔 자원량에 비해 세계 에너지 수요는 지속적으로 증가할 전망(그림 1,2)으로 특히, 중국, 인도, 브라질 등 거대 국가의 경제 성장에 따른 에너지 수요의 급증이 예상된다. 수요의 급증은 자원의 가격 상승으로 이어지고 자원의 구매에 사용되는 자금의 증가로 세금이 올라가는 악순환이 계속되게 된다. 우리나라는 전력 생산을 위한 화석연료 의존도가 높고 원유의 대부분을 중동지역에서 수입하므로 국제정세에 따라 원유 수급이 불안정하고 가격 변동폭이 크므로 안정적인 에너지 확보가 절실하다. [1]

에너지 자원의 고갈뿐 아니라 이산화탄소 배출의 관점에서조차 화석연료는 환경 재앙의 원인으로 꼽히고 있다. 21 세기에 들어서도 이산화탄소의 배출은 줄어들지 않고 있고 중국과 인도 등 대형 개발 도상국의 산업화가 본격화 되면서 에너지 소비량이 폭발적으로 증가함에 따라 2100 년의 대기 중 이산화탄소 농도가

현재의 두 배가 될 것이라는 전망이 쏟아지고 있다. 이런 화석연료를 대체하기 위해 새로운 청정 에너지원의 개발에 대한 필요성이 강조되고 있고, 온실가스 배출이 없다고 보고되고 있는 태양열/태양광에너지, 바이오 매스, 풍력 에너지 등 신재생 에너지가 활발히 개발되고 있다. 하지만 이 신재생에너지들의 에너지 밀도는 원자력에너지에 비해 매우 낮아 발전에 필요한 넓은 부지가 요구된다. 또한 에너지 변환 효율이 낮고 자연조건에 따른 불안정성이 높아 수요를 만족시키기엔 부족하다. 이러한 신재생에너지의 대안으로 효율성과 경제성이 높은 궁극적인 에너지원이면서 지속 가능한 에너지로 핵융합에너지가 주목을 받는다. 핵융합 발전은 바닷물을 원료로 사용하므로 자원이 지역적으로 편중될 확률이 낮고 자원 고갈을 우려할 필요도 없다. 게다가 핵분열 발전의 고충 중 하나인 방사성 고준위 폐기물 처리의 부담 이나 원전사고의 걱정도 없다. 이에 차세대 에너지발전으로 추진되어 우리나라도 세계적 프로젝트인 ITER(International Thermonuclear Experimental Reactor, 국제핵융합실험로사업)에 참여함과 동시에 KSTAR(Korea Superconducting Tokamak Advanced Research)라는 한국형 핵융합연구장치를 건설하여 연구를 진행하고 있다. [1]

여러 핵융합 반응이 있지만 상대적으로 낮은 온도에서 일어날 것으로 기대되는 중수소와 삼중수소의 반응이 현재 연구되고 있는

핵융합 발전의 기반이 되고 있다. (그림 5) 바닷물에 풍부한 중수소(d)와 지구표면에서 쉽게 구할 수 있는 리튬(Li)에서 추출할 수 있는 삼중수소(t)가 플라즈마 상태로 가열이 되면 핵융합반응을 통해 헬륨(He)이 생성되는데, 반응물의 질량 합 대비 생성물인 헬륨의 질량이 약간 감소한다. 이 때의 약간의 질량 손실에 해당하는 에너지가 중성자의 운동에너지로 나타나고 이는 열에너지로 변환된 후, 증기를 가열하여 터빈을 돌려 최종적으로 전기에너지를 생산한다. [2]

$$d + t \rightarrow {}^4\text{He} + n + 17.6\text{MeV} \quad ({}^4\text{He}: 3.5\text{MeV}, n: 14.1\text{MeV}) - 1) \text{ 핵융합 반응 [7]}$$

이 반응이 일어나기 위해서는 반응물을 플라즈마 상태로 만들어야 하고, 고성능의 플라즈마의 생성과 출력 에너지양의 효과적인 산출을 위해서는 1 억℃ 이상의 초고온으로 승온이 필요하다. 따라서 초고온과 고진공에 버틸 수 있는 극한재료의 기술이 선행되어야 하는데 그 중 초전도자석을 이용한 초고온 플라즈마의 장시간 가둠기술의 실현 가능성이 보이고 있다. [1]

그림 4 는 토카막이라 불리는 플라즈마 밀폐 장치로써 현재 국제 핵융합 실험로 사업인 ITER 뿐 아니라 한국형 핵융합 연구 장치인 KSTAR 에 설치되어 있다. 강한 자기장을 사용하여 플라즈마를 고정시키는 원리로 핵융합로 내벽에 직접적으로 맞닿지 않게 하여 내벽이 1 억℃의 초고온이 아닌 약 3000℃의 온도를 견디면 되는

정도로 기준이 낮아져 핵융합발전의 실현 가능성이 한 단계 높아졌다고 볼 수 있다. [3]

토카막 내 반응 플라즈마를 대면하는 재료로 고려되고 있는 물질은 텅스텐이다. 텅스텐은 3695K의 고융점을 지니고 열적 안정성이 높기 때문에 대면재의 구성 원소로 채택되었으나 저온에서 취성을 지니고 있으며, 구조적 하중 측면에서 텅스텐소재가 높은 밀도를 가지기 때문에 다른 구조재료와 함께 사용해야 한다는 단점을 가지고 있다. [4]

일반적으로 저방사화강이나 그래파이트와 같은 구조재료에 플라즈마 용사법을 사용하여 텅스텐을 증착하여 대면재를 구성하게 된다. [5]

본 연구에서는 핵융합로 내 디버터의 대면 재료로써 그래파이트 기지 위에 상압 플라즈마 용사법(Air Plasma Spray, APS)으로 증착된 텅스텐 피막의 물성 향상을 위한 후처리 방안에 대해 토의하고자 한다.

상압 플라즈마 용사방식으로 증착된 텅스텐 피막의 미세구조를 살펴보면 용사방식에 의해 야기되어 피막의 공공(pore)의 대부분을 차지하는 스플랫 바운더리(Splat boundary)가 관찰되는데 이 미세구조적 특징으로 인해 물성이 벌크 텅스텐의 기준값에 비해 저하되는 것으로 알려져 있다. [6]

용사 후 텅스텐 피막에 대해 고주파 펄스 직류를 인가한 가압 후처리를 한 후, 미소 압입 시험을 통해 기계적 물성이 개선되었는지 확인하고, 전류 인가를 하지 않은 진공열처리 및 가압 열처리를 거친 시편과 기계적 물성 치를 비교 분석하려고 한다.

이후, 전자 현미경 및 광학 현미경으로 관찰한 텅스텐 피막의 미세구조 또한 열처리 및 후처리의 조건 별로 비교 분석하여 기계적 물성 치와 연계하려 한다. 이 연구결과가 핵융합로 내부를 구성하는 대면재의 물성 분석과 향상에 기여할 수 있을 것이라고 생각된다.

World commercial energy use

Billion toe

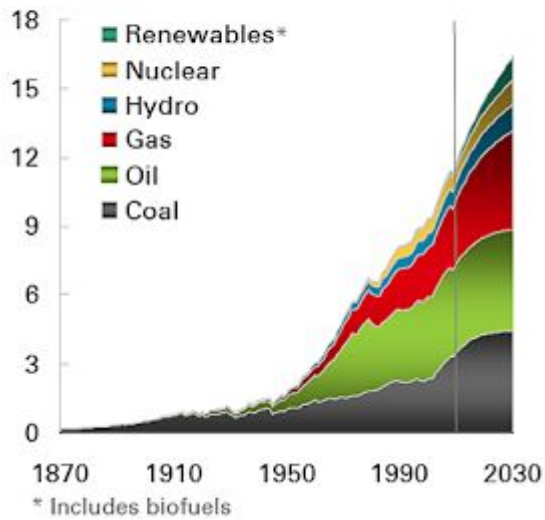


Figure 1. Projected future source of Energy Supplies (BP, Energy Outlook 2030)

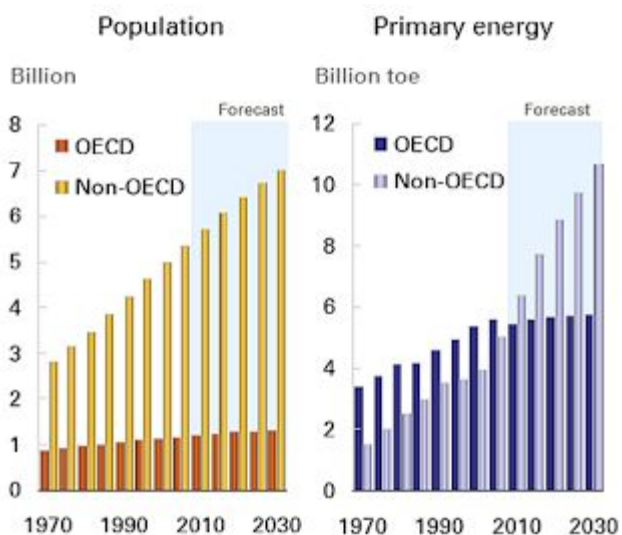


Figure 2. Projections of population and Energy Growth (BP, Energy Outlook)

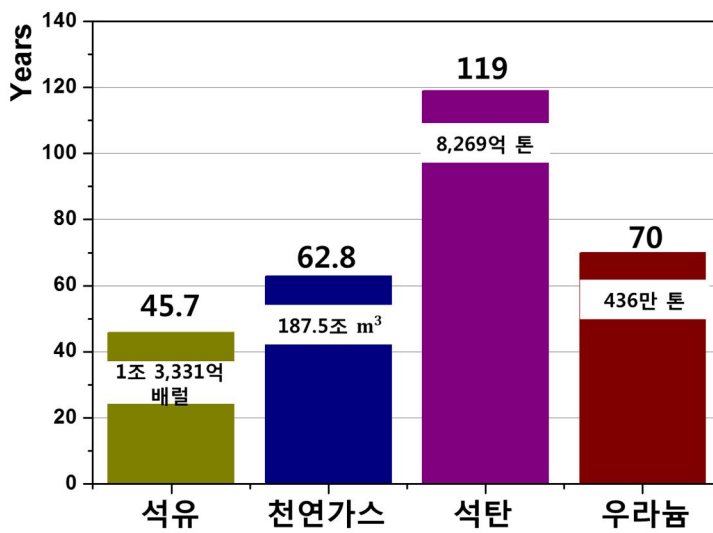


Figure 3. The recoverable deposits and remaining years worldwide (BP, Statistical Review of World Energy 2010(2010))

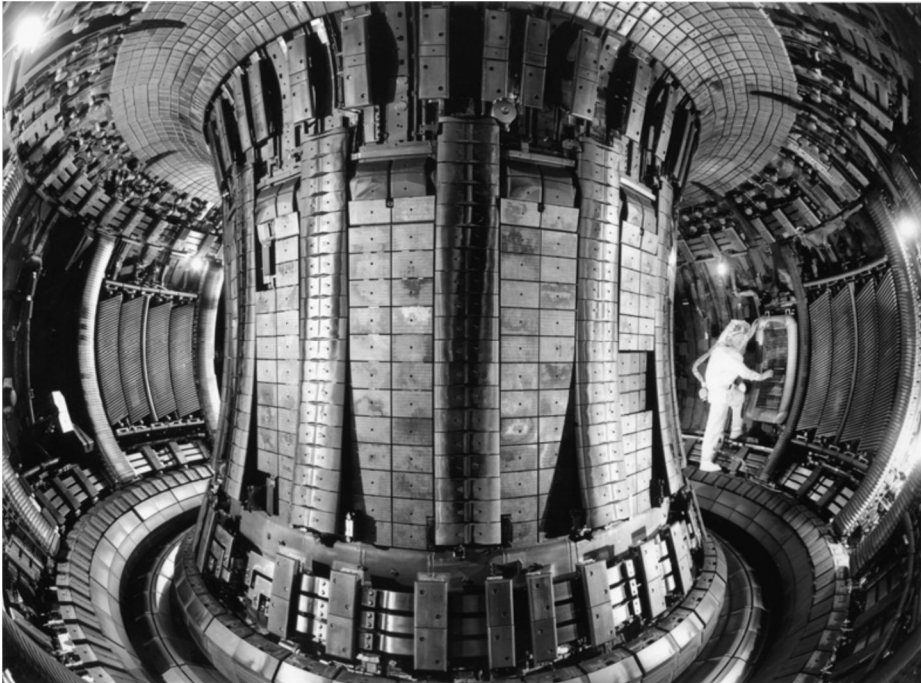


Figure 4. Interior of tokamak fusion reactor Joint European Torus at Culham, U.K.(Courtesy Joint European Torus) [7]

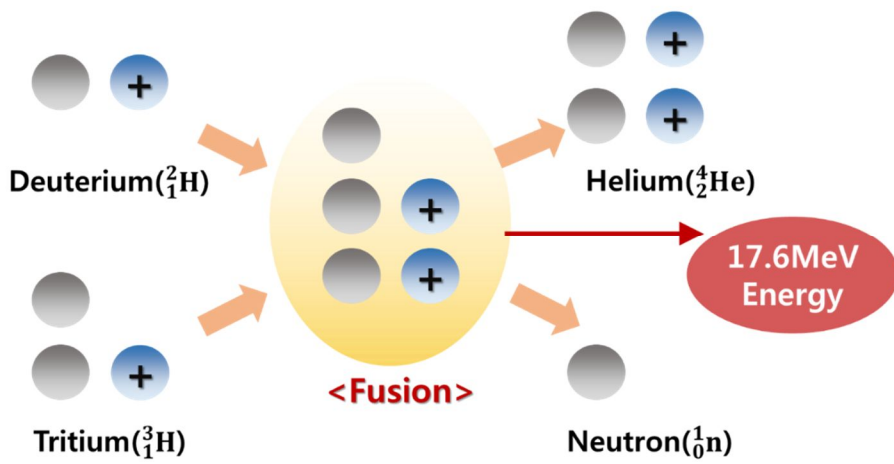


Figure 5. Schematic diagram of nuclear fusion reaction

2. 이론적 배경

2.1 핵융합로 대면소재의 역할 및 텅스텐의 적합성

2.1.1 핵융합로의 가둠 모델: 토카막

현재까지 개발되어 오고 있으며 유망하다고 여겨지는 제어 핵융합 반응 장치로는 크게 둘로 나눌 수 있는데, 플라스마를 일정한 공간에 고온, 고밀도로 일정시간 가두어서 그 목적을 달성시키는 자기장 가둠 방식과 폭죽에 의하여 급격하게 농밀한 플라스마를 생성하려는 관성 가둠 방식으로 나눌 수 있다. 자기장 가둠 방식은 플라스마를 가두는 자기장의 자기력선이 장치 내부에서 선회하며 단혀있어 장치 밖으로 나오지 못하는 자기 구성을 가진 플라스마 가둠을 의미한다. 대표적인 예이자 현재 가장 유망한 장치로, 전세계적으로 건설 중인 핵융합 장치의 대부분을 차지하는 것이 토카막(Tokamak)이다. Tokamak은 러시아 단어들인 toroidalnaya kamera magnitnaya katushka의 첫 글자들을 따서 만든 것으로, 처음 두 단어는 “토로이드 모양의 용기”라는 의미이고 나중 두 단어는 “자장(磁場)코일”이라는 의미이다. 토카막에는 두 개의 중요한 자기장이 있다. 하나는 토로이드 자기장으로 토러스 모양으로 감긴 구리 코일에 의해 형성되고 두 번째 자기장은 플라스마에 흐르는 전류로부터 형성되는 폴로이드 방향의 것이다. (그림 6) 이 전류는 변압기 작용에 의해 유도되는 것인데 이 두 가지 자기장의 결합으로 인해

토러스 주위에 나선형으로 꼬인 자기장이 형성된다. 이 자기장을 이용하여 초고온의 플라즈마를 도넛 모양의 그릇, 즉 토러스 안에 가두게 되는데 핀치 효과에 의해 고전류에 따른 자기장의 힘이 충분히 커져 플라즈마를 수축시킬 정도가 되고 반응 플라즈마가 핵융합로 내벽에 닿지 않게 할 수 있다는 것이다. (그림 7) 이 때 반응이 진행되는 플라즈마 내에서 플라즈마에 에너지를 전달하고 남은 부산물인 헬륨 재(ash)와 기타 불순물을 제거하여, 플라즈마 냉각에 의한 붕괴를 막기 위한 부품이 설계가 되었는데 이것이 디버터이다. (그림 8) 불순물 제거의 역할 뿐 아니라 플라즈마가 핵융합로 내부에 직접적으로 맞닿는 것을 막고 특정 지역에만 부딪히게 한 후 그 열을 이용할 수 있게 되는데, 자장을 변화시켜 특정한 영역으로 플라즈마를 이동시키는 원리로 디버터를 구현할 수 있다. [2] [3] [8]

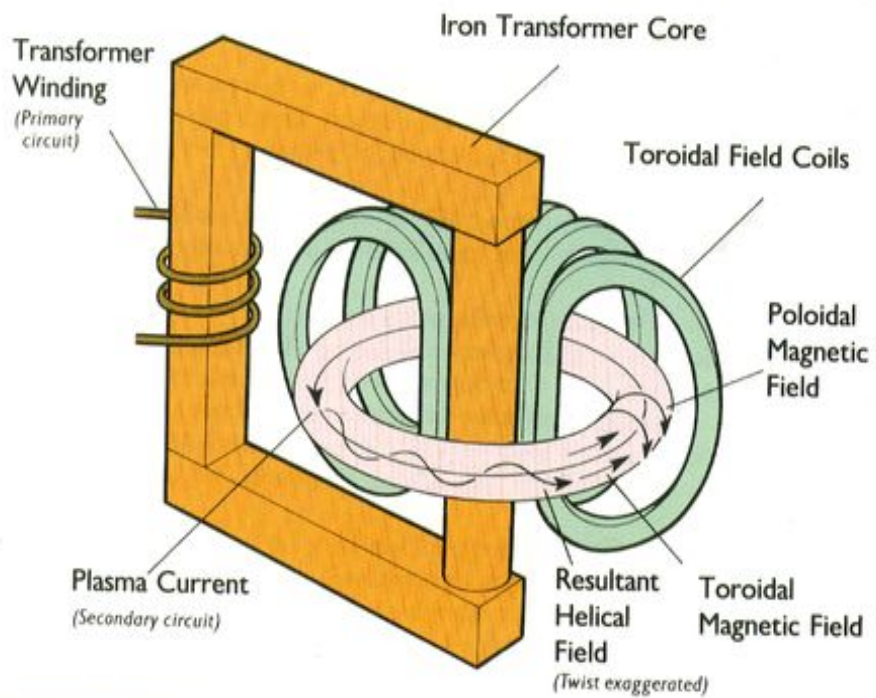


Figure 6. Schematic diagram of Tokamak (Toroidal and Poloidal Fields)
[3]

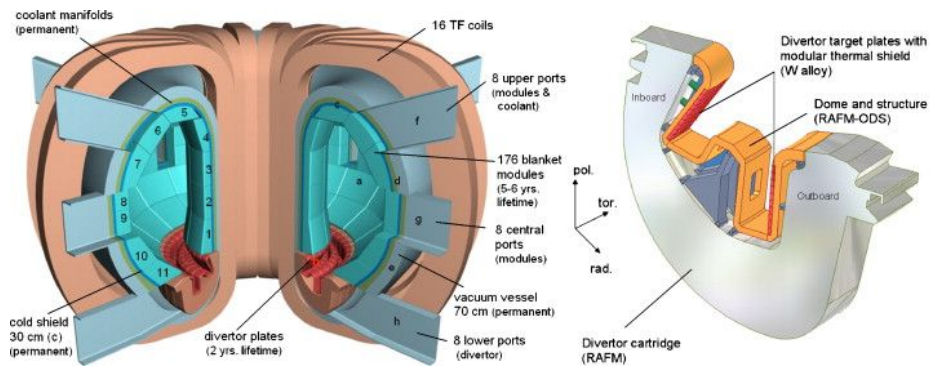


Figure 7. Reactor model PPCS-S (left) [9] and a divertor cassette (right) [10]

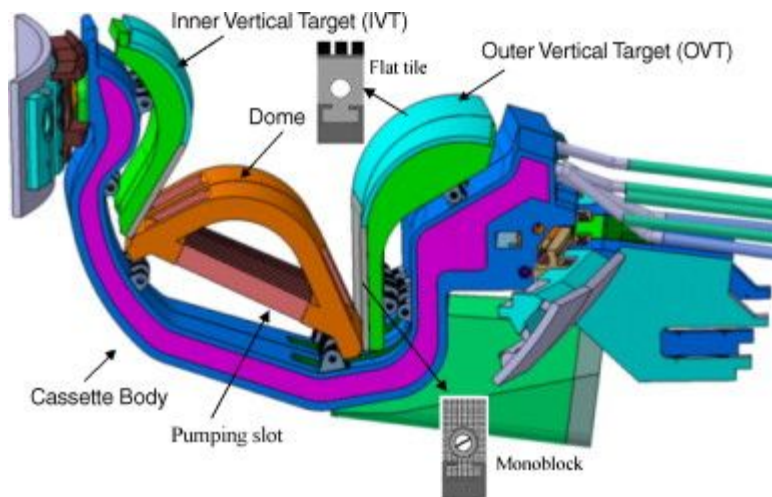


Figure 8. ITER divertor indicating the main components [9]

2.1.2 토카막 내 대면소재

토카막 장치는 초고온, 초고밀도의 플라즈마를 가두어 두어야 하고 거대한 스트레스를 받기 때문에, 장치의 운전 시 일어나는 모든 현상들을 일상의 보통 상태와 동떨어진 극한 상태에서 취급하여야 한다. 따라서 장치를 구성하는 구조물과 재료를 극한 상태의 운전조건에 합당한 것을 사용해야 하므로 새로운 재료개발 및 구조 역학 연구가 병행되어야 한다. 특히 핵융합 발전소를 경제적으로 운전하기 위해서는 높은 전력 선속 및 높은 열효율이 필요하기 때문에 운전 온도를 높여야 하는데 이런 조건에서는 구조물질이 변형될 수 있다는 것을 고려하여 물질을 선정해야 한다. [3]

플라즈마의 전력 선속이 굉장히 높기 때문에 첫 번째 플라즈마 대면재(first wall)의 표면설계는 기계적으로나 열적으로 상당히 까다롭다. 플라즈마에 접하는 표면은 플라즈마 내 각종 입자와 방사선에 의해 부식되기 때문에 표면 구성물질은 부식 억제 성질을 지녀야 하며 열저항성 또한 높아야 한다. 자장 가둠 원리를 기반으로 한 토카막에서는 부분적으로 강한 열선속이 집중되는 디버터의 표면에서 가장 큰 부하가 걸리게 되어 이를 견딜 수 있는 재료 연구의 수반이 요구된다.

2.1.3 대면소재로써의 텅스텐

그라파이트와 같은 카본 소재들은 경량, 고강도, 고 열충격저항 특성을 가지며 고온구조재료로 널리 쓰인다. 특히 그라파이트는 고융점의 사파이어 단결정을 성장시키는 로 내부의 열점지대 부근에 사용되기도 할 만큼 열적 특성이 우수하다고 할 수 있다. 그러나 그라파이트의 단점은 쉽게 산화가 되고 진공 분위기에서 높은 기화속도를 보인다. 따라서 보호막이 없을 경우 산화력이 있는 물질과 쉽게 반응하거나 혹은 기화될 수 있다. [11]

텅스텐은 핵융합로의 플라즈마 대면재로 적절한 소재로 꼽히고 있는데 극한 상황에서의 반복적 노출을 견딜 수 있다고 판단되어지기 때문이다. 체심입방 구조를 가진 물질로써 각 종 입자의 물리적 스퍼터링에 대해 높은 문턱값 에너지(threshold energy)를 가지고 있고 고융점(3695K)을 지니며 높은 열전도율(180W/mK)와 낮은 증기압($1.3 \times 10^{-7} \text{Pa at } T_{\text{melt}}$)을 가지고 있기 때문이다. 뿐만 아니라 고온에서도 고강도와 치수 안정성을 가지고 낮은 열팽창 계수($4.4 \times 10^{-6}/\text{K}$)를 보인다. 따라서 텅스텐과 텅스텐합금은 다양한 고온/고진공 재료에 적합하다고 할 수 있으며 디버터 및 플라즈마 대면재의 후보물질로 잠정적으로 선정되어 물성 강화와 개발에 집중적인 연구가 진행되고 있다. [12] [13]

2.2 텅스텐 피막과 상압 플라즈마 용사법

핵융합로 내부에서 플라즈마 대면재로써 카본 소재는 고온에서 높은 부식률을 보이기 때문에 플라즈마 용사된 텅스텐 피막이 보호막의 역할로 사용되며 이는 텅스텐이 우수한 기계적 열적 특성을 가지기에 가능한 것이다. [14] 그러나 모양 변형이 어렵고 상온에서의 고유한 취성(낮은 연성-취성 천이온도) 때문에 대면재 블록 자체에 단독으로 사용되기가 어렵다. [15] 또한 일반적인 구조재보다 높은 밀도($19.25 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$)로 핵융합로의 구조적 안정성을 고려했을 때 높은 하중이 걸릴 뿐 아니라 소재 또한 고가로 비용을 고려하였을 때도 불리하다. 이에 구리, 저방사화특수강, 탄소섬유복합재(CFC), 그라파이트 등의 구조재료 기지를 바탕으로 텅스텐 피막을 쌓아 대면재료로 활용하려는 시도들이 진행 중이다. [16] 기판 재료 위에 텅스텐 피막을 쌓을 수 있는 방법은 용접, 주물, 연마와 같이 실용화되기 힘든 방법 외에 물리적 증기 증착법(PVD), 화학적 증기 증착법(CVD), 플라즈마 용사법(Plasma Spray) 등이 있다. 그러나 물리적 증기 증착법은 낮은 점착성과 높은 불순물의 포함이 약점이 되고, 화학적 증기 증착법은 부식 저항성은 좋으나 높은 가격과 얇은 증착 두께라는 한계를 가지고 있다. 최근에 플라즈마 용사법이 소개된 후 실제 이를 대면재의 증착 방식으로 추진하려는 시도가 주를 이룬다. 플라즈마 용사는 아크 방전으로 발생시킨 초음속 열플라즈마

제트에 금속이나 세라믹 피막재를 미세 분말 형태로 주입시켜 용융시킨 후 모재에 분사하여 용착시키는 피막제조의 한 방법이다. (그림 9) 플라즈마 용사는 타 용사법에 비해 기공도가 적은 고밀도, 고부착력의 특성을 갖는 피막을 제조할 수 있고 모재의 영향을 받지 않으며 주입분말의 입도에 따라 피막의 표면조도나 기공도를 조절하여 광범위한 산업분야에의 활용이 증대되고 있다. (그림 10) 열플라즈마 제트의 온도가 8000K 이상이기 때문에 용점이 3695K 인 텅스텐도 쉽게 녹을 수 있으며, 텅스텐 분말이 플라즈마 제트에 공급된 후 순간적으로 용융되었다가 분말이송기체의 유량에 따라 모재로 분사되어 부착된다. 모재로 이송되는 과정 중에 용융 텅스텐의 응고가 진행이 되고 모재기판에 스플랫(Splat) 형태로 쌓이며 증착이 된다. [17] 플라즈마 용사법에는 상압 플라즈마 용사법, 진공 플라즈마 용사법, 불활성기체 분위기의 플라즈마 용사법 등이 있는데 상압 플라즈마 용사법은 상대적으로 낮은 가격, 높은 증착 속도, 이온 및 중성자 조사에 의한 손실 층 보강 용이 라는 장점들을 가지고 있어 대면재 증착 방식으로 연구가 활발하며 실제 우리나라 초전도핵융합 연구장치의 대면재 증착법으로 채택되어 용사 조건의 최적화 연구 중에 있다. [19] [20]

본 연구에서는 그라파이트 모재기판 위에 텅스텐 분말을 상압플라즈마 용사법으로 증착시켜 얻은 대면재 후보물질에 대한 실험을 진행하였다.

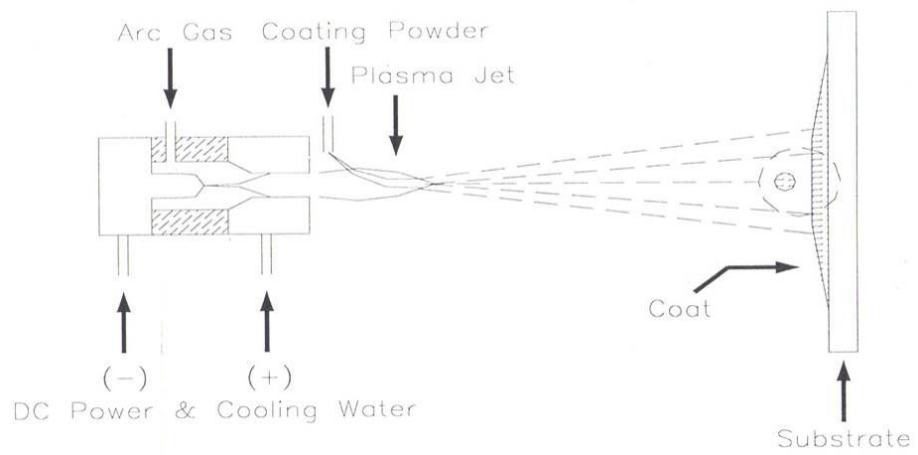


Figure 9. Schematic figure of Plasma Spray. [21]

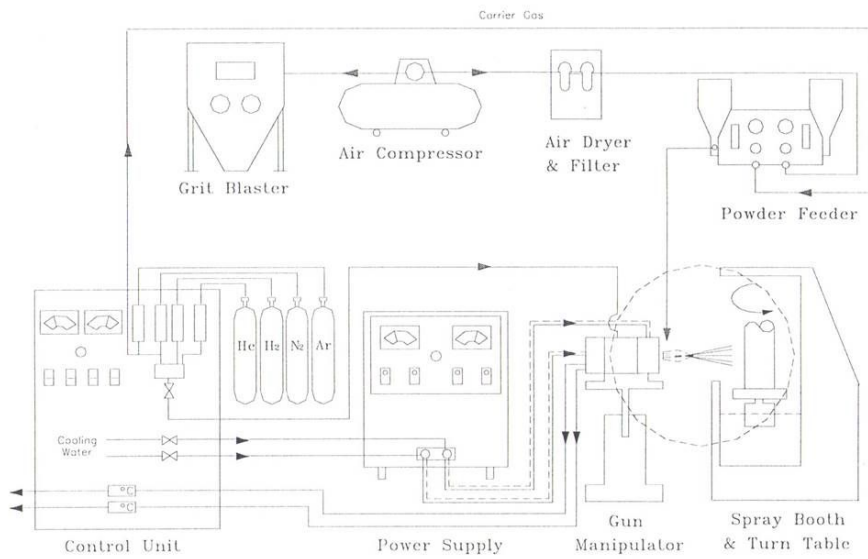


Figure 10. Schematic system of Air Plasma Spray Process [21]

2.2 미소 압입 시험법

구조물의 신뢰성평가를 위한 핵심 재료 물성평가 기법에 관한 연구는 마이크로/나노 단위의 평가에 초점이 맞춰지면서 전환점을 맞이하게 되었다. 기존 인장시험/파괴시험은 자료 축적과 표준화가 진행되어 문헌값과의 비교가 명확하고 용이하다는 장점이 있으나 미소재료의 시험에 적용하기에는 시편제조 및 장비개발이라는 과제가 남아있었다. 이에 대한 대체 시험법 중 하나가 압입시험법이다. 편리함 및 넓은 응용 가능성으로 미소재료시험 분야에서 가장 널리 쓰이고 있는 시험법이다. 재료표면에 미소압입하여 얻을 수 있는 하중-변위 정보, 압흔 분석을 통해 재료의 다양한 특성을 정량/정성적으로 평가하는 기법이다. 얻을 수 있는 재료의 물성/특성으로 경도를 비롯한 탄성계수, 항복강도, 변형경화지수, 인장강도와 같은 소재의 유동특성과 적절한 모델링을 바탕으로 잔류응력, 크리프, 점탄성 및 점소성 특성, 파괴, 동적 특성, 코팅 박리 현상 분석 등에도 응용될 수 있다. 금속, 세라믹, 폴리머, 고무, 바이오 재료 등 다양한 소재에 적용이 가능해 활용가치가 높다고 할 수 있다. [22]

본 연구에서는 국소 부위의 경도를 측정하기 위해 미소(Micro) 계장화 압입 시험을 시행하였다. 기존의 경도시험에서는 한 번의 압입을 통해 얻을 수 있는 결과는 최대하중에 해당하는 압흔의 크기에 그쳤으나, 계장화 압입 시험을 통해 변위측정을 함으로써

그림 11 의 하중(P)-변위(h)곡선을 그리며 시험 과정 순간순간의 재료 변형 정보를 얻을 수 있다. 특히 하중제거 곡선은 시편의 기계적 탄성 회복 거동 정보를 포함하고 있어 최대하중에서의 기울기로부터 stiffness 의 계산식을 이용해 경도와 탄성계수를 파악할 수 있다.

경도측정은 기본적으로 물질이 소성변형에 대한 저항성을 정량화 하기 위해서 행하게 된다. ASTM E2546 과 ISO14577 을 따르고, 압입자의 기하학적 형상을 알고 있기 때문에 변위측정에 따른 하중제거 곡선의 정보를 토대로 계산을 통한 정량적 경도 확보가 가능하다. 본 연구에서 이용한 압입자는 버코비치(berkovich)형 압입자로 대각 115 도의 삼각뿔 형태이다. 압입 깊이와 압흔 면적 사이의 관계가 비커스(Vickers)압입자와 같도록 설계되어있어 압입 깊이와 압흔 삼각형 한 변의 길이 비가 약 1:7 가 된다. 데이터 해석에 대한 기준이 확립되어 있지 않으나 일부 ISO14577 에 정해져 있다. 기존 경도법에서 압흔 면적을 직접적으로 측정했다면 계장화법에서는 압입자의 시료침입 깊이를 측정해 압입자의 기하학적 형상을 통해 삼각뿔의 높이와 밑 면, 즉 압흔 면적 사이의 관계를 바탕으로 면적을 산출할 수 있다. 본 연구에 사용된 버코비치 압입자는 대각이 115 도로 압흔 면적 A 와 압입 깊이 h 와의 관계는 $A=24.5 h_c^2$ 이다. h_c 는 실접촉 깊이(contact depth)로써 아래 식으로 표현할 수 있다.

$$h_c = h_{\max} - \epsilon \frac{P_{\max}}{S}$$

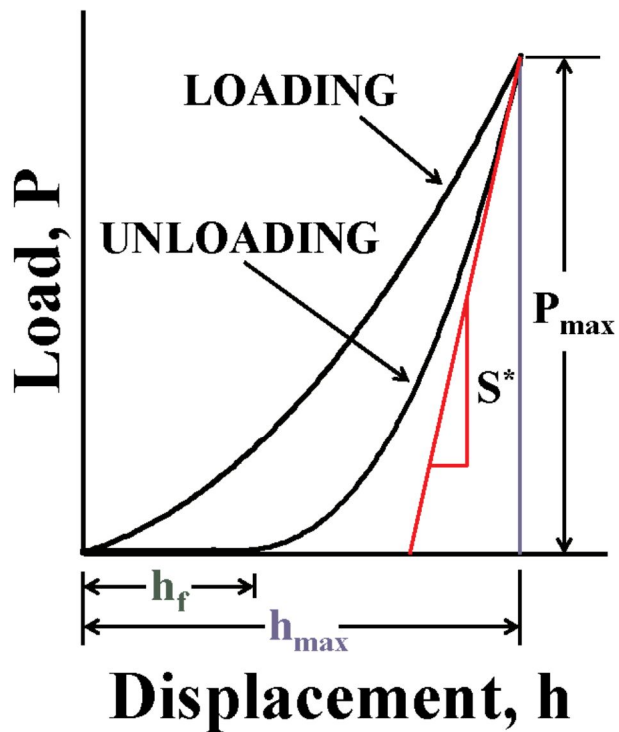
h_{\max} 는 최대 압입 깊이(maximum indentation depth)이고, ϵ 는 기하학적 보정 상수이며 버코비치 압입자의 경우 0.75 의 값을 가진다. S 는 Stiffness 로써 하중-변위 곡선 중 하중제거 곡선의 기울기에 해당하며 하중 제거가 시작되는 지점의 기울기로 식으로 나타내면 다음과 같다.

$$S = \left. \frac{dP}{dh} \right|_{P=P_{\max}}$$

최종적으로 경도는 다음과 같은 식으로 정의된다. $\text{Hardness} = \frac{P_{\max}}{A}$

A 는 h_c 로부터 구해지는 값으로 위에서 정의했던 값들을 대입하면 최종적으로 다음과 같다.

$$\text{Hardness} = \frac{P_{\max}}{24.5(h_{\max} - \epsilon \frac{P_{\max}}{\left. \frac{dP}{dh} \right|_{P=P_{\max}}})^2}$$



h_{\max} = maximum displacement
 h_f = final depth

Figure 11. An indentation force-displacement curve in which several important parameters [23]

2.4 전자 후방 산란 회절 시험

(Electron Backscattered Diffraction)

전자 후방 산란 회절(Electron Back Scattered Diffraction, EBSD)는 주사전자현미경(Scanning electron microscope, SEM)을 기본으로 하는 기술로 회절된 후방산란전자가 주사전자현미경 챔버 내에 위치해 있는 형광판(Phosphor screen)에 형성한 패턴을 측정하는 기술로, 시편재료의 극점도(Pole figure), 결정립 크기(grain size), 결정방위도(orientation mapping)등의 정보를 얻을 수 있다. 최근 들어 주사전자현미경의 고정밀화와 컴퓨터 계산 능력의 향상으로 넓은 영역에 대해 상대적으로 빠르고 정확도가 높은 통계적 정보를 얻을 수 있는 측정 방법으로 인식되고 있다.

[24]

그림 12는 입사 전자빔에 의해 시료에서 튀어 나온 후방 산란 전자가 키쿠치(Kikuchi) 회절 패턴 검출기 전방의 형광판으로 들어가는 모습을 그린 모식도이다. 시료에 입사하는 전자빔의 경사각이 클수록 후방산란전자가 방출되는 양이 증가하기 때문에 시료의 표면은 입사 전자빔에 대해 70도 기울어지게 놓는다. 형광판의 역할은 도포된 형광물질이 전자 빔을 가시광선으로 바꾸어 전자빔의 양에 따라 가시광선을 발광하게 된다.

그림 13 은 주사전자현미경 전자 빔이 시료에 침투했을 때 반응하는
 깊이에서 시료의 일정한 결정면 간격(d_{hkl})을 가지는 결정면
 (hkl)에서 형광판으로의 후방 산란되는 양상을 보여준다. 이 때 띠
 형태의 패턴이 얻어지는데 엄밀히 말해 ‘회절’의 원리가 아니라
 후방 산란에 의해 얻어지는 원리로써 kikuchi 회절 도형과 같은
 모양과 방향 의존성을 가지기에 가성-kikuchi 밴드(Pseudo-
 Kikuchi band)라 부른다.[32] 결정질 재료에 전자빔이 입사되는
 경우 전자의 후방 산란은 전자와 원자핵의 탄성 충돌로 인해
 발생한다. 입사빔이 결정면에 수직하게 입사될 경우 비스듬하게
 입사되는 경우보다 전자가 원자핵과 반응할 수 있는 확률이 높아져
 후방산란의 확률도 높다. 결정면에 입사되는 전자빔이 입사각에
 따라 결정면의 원자 위치에서 최대값을 갖는 bloch wave 1 과
 결정면 사이에서 최대값을 갖는 bloch wave2 로 나타낼 수 있고
 bloch wave1 에서 후방 산란될 확률이 크다. 이 때 입사빔과
 결정면 사이의 각도에 따라 후방 산란되는 전자의 강도가 달라지게
 되므로 망위와 면간 거리에 따라 달라지는 띠 형태의 kikuchi 패턴
 즉, 위에서 언급한 가성-kikuchi 밴드(Pseudo-Kikuchi band)를
 형성하게 된다. [33][34] 시료 위의 일정 면적을 설정한 간격을
 가지고 측정을 하면 면적에 해당하는 간격의 수만큼 좌표(x,y)에
 해당하는 측정 결과가 그 위치에 해당하는 계산된 망위 정보 g 의
 오일러(Euler)각 등을 포함하여 데이터 파일로 산출이 된다. 상용

소프트웨어를 통해 데이터파일로부터 확대된 미세조직에 대해 다양한 측정 결과를 다양한 EBSD map 파일들로 구성하여 시각적으로 표현하게 된다.

널리 사용되며 대표적인 것이 결정방위도(Orientation Map), 역극점도(Inverse Pole Figure), 극점도(Pole figure), 결정립계 맵(Grain Boundary Map), 선명도 맵(Image Quality Map), 상 맵(Phase Map) 등이 있다. (그림 14)

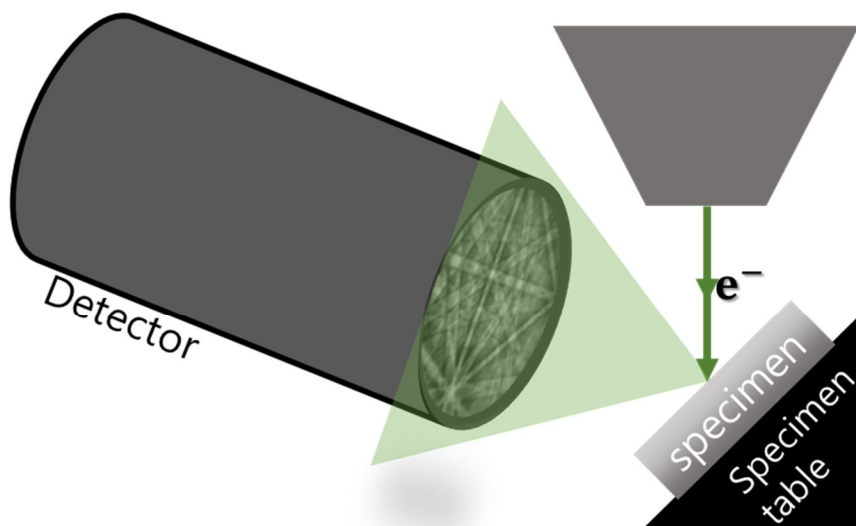


Figure 12. Schematic diagram of EBSD detector

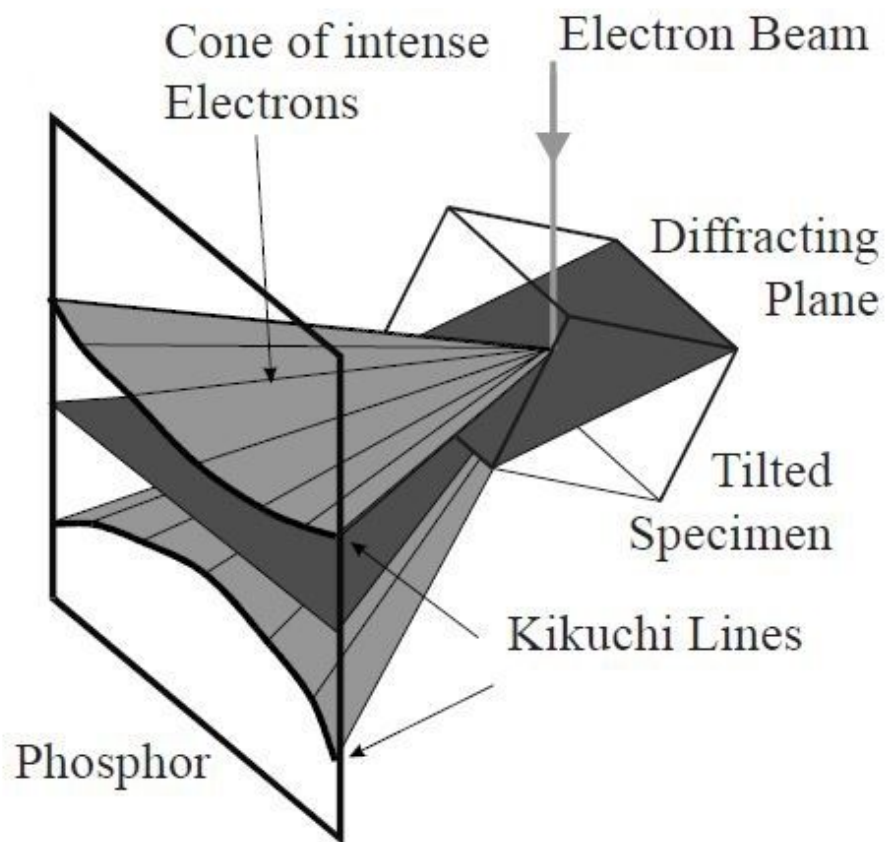


Figure 13. Formation of EBSD KiKuchi Diffraction pattern [31]

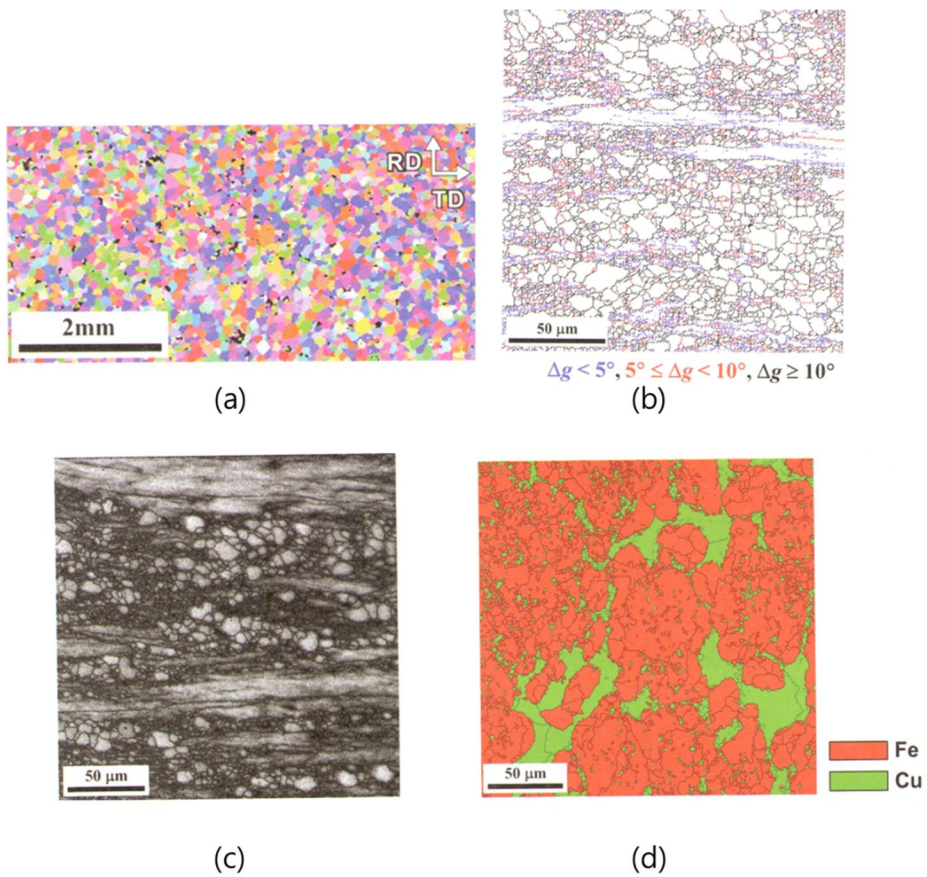


Figure 14. Various EBSD maps (a) Inverse Pole Figure Orientation map (b) Grain Boundary map (c) Image Quality map (d) Phase map [25]

3. 실험방법

3.1 실험 순서

지름 10mm, 높이 3mm의 그라파이트 모재 위에 상압 플라즈마 용사된 텅스텐 피막(~200um) 시편을 기준 시편으로 두었다. 이 기준 시편에 다음과 같은 후처리를 진행하여 미세구조와 기계적 물성 치를 비교하였다.

1. 900℃ 1시간 진공 열처리(10^{-4} torr)
2. 900℃, 1000℃, 1100℃ 에서 2kN, 3kN의 힘으로 가압하며 Ar 가스 분위기에서 10분 열처리
3. 2kN, 3kN의 힘으로 가압하며 고주파 펄스 직류를 인가하여 시편 내부 저항열로 900℃, 1000℃, 1100℃ 에서 10분 열처리(10^{-3} torr)

기준 시편을 포함한 각각의 시편들의 단면을 광학 및 전자 현미경으로 관찰하여 후처리 조건 별 미세구조에 대한 비교 분석을 하고 미소 압입 시험을 통해 경도를 측정하여 향상 폭을 비교하여 기계적 물성 치의 개선을 유도하려 하였다.

3.2 시편 준비 및 후처리 요약

전류 700A 에서 헬륨과 수소를 플라즈마 유도 가스로 하여 그라파이트 모재에 텅스텐 분말을 상압 플라즈마 용사하여 시편을 제작하였다. 용사된 텅스텐 피막의 두께는 약 200um 이다.

본 연구의 목적은 핵융합로 대면재의 효과적인 후처리 방안을 찾는 것으로 텅스텐 피막의 기계적 물성 중 하나인 경도 값을 증진시키는 데에 그 세부 목적이 있다. 주요 후처리 방안인 가압 열처리와 고주파 펄스 직류의 인가 후처리를 시행하는 세부 사항으로 온도 조건과 압력 조건을 각각 900, 1000, 1100℃, 2kN(시편 치수 고려한 압력 값: 25.47MPa), 3kN(38.21MPa)으로 설정하였다. 핵융합로에 실제 적용 시 투입 에너지 측면에서 텅스텐의 재결정 온도에 도달하는 큰 열 에너지의 공급 없이도 물성 개선을 이루어 내는 것이 바람직하므로 재결정 온도 이하이나 재료의 변화를 유발할 만한 충분히 높은 온도로 설정하기 위하여 900, 1000, 1100℃로 정하였다.

압력 조건의 경우 고주파 펄스 직류를 인가하는 후처리를 시행하기 위한 방전 플라즈마 소결 장치의 전극 접촉을 위한 최소 압력이 약 2kN 이다. 본 실험은 압력 조건보다 전류가 직접적으로 시편에 인가 되었는지의 여부가 시편의 변화에 효과적인 요인이

되는지가 핵심 관점이므로 압력을 최소화 하여 조건을 설정하려고 하였다. 따라서 2kN 와 이보다 약간 크나 차이가 크지 않은 3kN 로 가하는 힘을 정하여 압력 조건을 설정하였다. 부차적으로 약 10kN(127.3MPa)의 힘을 가한 압력 조건에서는 모재기관인 그라파이트가 파괴되는 양상을 보였기 때문에 10kN 미만의 약한 힘 2kN 와 3kN 을 선택하여 비교하기로 하였다.

첫번째 후처리로 900℃에서 1 시간 진공열처리를 진행하였다. 사용한 진공로 장비는 Thermo Electron Corporation 사의 Lindberg/Blue M 이고 진공도는 약 10^{-4} torr 이며 열처리 후 노냉하였다.

두번째 후처리로 가압 열처리를 진행하였다. ThermecMastor 장비를 이용하여 900℃, 1000℃, 1100℃에서 각각 2kN, 3kN 의 압력을 증착방향으로 시편에 가하여 각 온도를 10 분 유지한 후 노냉하였다. 아르곤 가스 1 기압 분위기에서 100℃/min 를 승온 속도로 설정하였다.

세번째 후처리로 고주파 펄스 직류를 시편에 인가하여 시편 내부에서 저항열이 발생하여 승온이 되게 하는 열처리를 진행하였다. 방전 플라즈마 소결 장치를 이용하여 시편에 펄스 전류가 흐를 수 있게 환경을 조성하였고 전류를 흘릴 전극이 시편에 맞닿는 압력의 조건으로 각각 2kN, 3kN 을 정하여 실험을

실시 하였다. 이 때 승온 하여 도달하는 최종 온도는 각각 900℃, 1000℃, 1100℃ 이고 최종온도에서 10 분간 유지한 후 노냉하였다. 따라서 총 시편은 후처리 하지 않은 기준 시편, 진공 열처리를 한 시편, 가압 열처리를 한 시편, 펄스 직류를 인가하며 가압 열처리와 같은 압력, 온도를 유지한 시편으로 각 4 분류로 나눌 수 있다. 각 시편의 단면을 관찰할 것이므로 Struers 사의 Accutom-5 고속 정밀 절단기로 각 시편의 가운데를 기준으로 절단하였다. 그 후 단면을 400, 600, 800, 1000, 1200 그리드의 사포(SiC Paper)에 2 분씩 문질러 연마하였다. 사포 연마 후, Struers 사에서 제조된 MD-Mol 연마천에 6um 다이아몬드 서스펜션을 사용, MD-nap 연마천에 3um, 1um 다이아몬드 서스펜션을 사용하여 연마하였고 윤활유로 Stuers 사의 DP-Lubricant Blue 를 증류수에 희석하여 사용하였다. 각 연마 단계 후에 시편을 99.9% 에탄올에 넣고 초음파 세척하였다.

3.3 고주파 펄스 직류 인가 후처리

제작한 그래파이트 몰드 안에 용사된 원형 시편을 넣은 후 두 개의 그래파이트 전극을 시편의 윗면과 아랫면에 각각 접촉시킨다. 사용한 몰드는 그래파이트 카본 소재로 지름 30mm 높이 50mm의 원기둥 모양에 시편(지름 10mm 높이 3mm)을 넣을 구멍(지름 10mm 높이 50mm)이 뚫려있으며 전극은 역시 그래파이트 소재로 몰드의 구멍 안에 들어갈 수 있는 크기로 지름 10mm 높이 30mm이다.

시편을 몰드 안에 투입한 후 전극 소재를 맞물리고 이를 방전 플라즈마 소결 장치 안에 장착시킨 후 조건에 따라 2kN, 3kN의 가압을 하여 시편과 전극 사이를 접촉시킨 후 최대 4000A 20kHz의 펄스 전류를 시편에 흘리며 승온시켰다. (그림 15) 승온 후 유지하는 온도는 900℃, 1000℃, 1100℃이고 온도 측정은 적외선 고온계를 사용하였으며 유지시간은 10분이다. 온도 유지 후 노냉하였다.

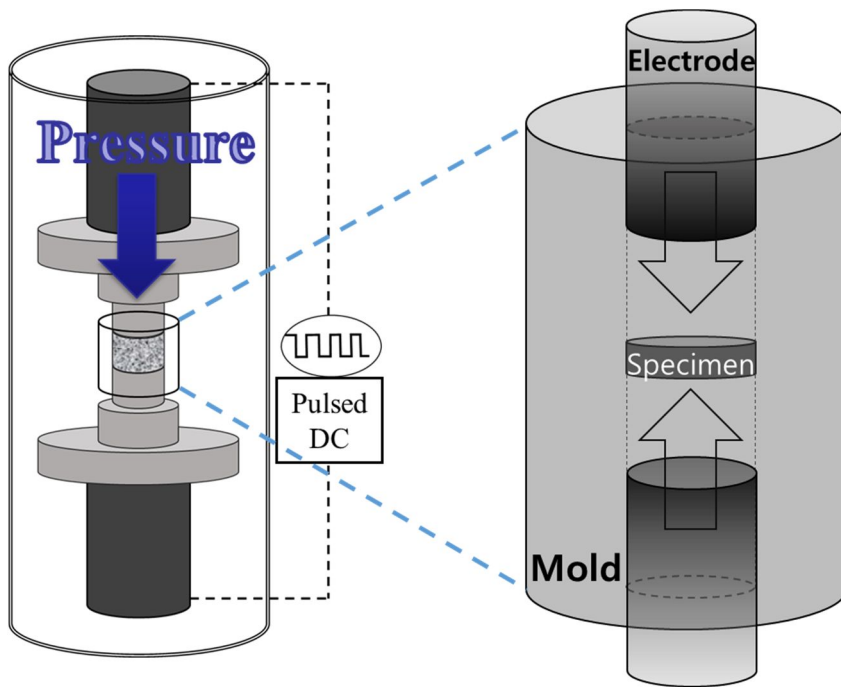


Figure 15. (a). Schematic figure of post treatment induced by high frequency pulsed electric current(up) (b) Post treatment induced by pulsed electric direct current using spark plasma sintering machine(down)

3.4 미소 압입 시험

시편 단면의 텅스텐 피막의 기계적 물성 치를 판단하는 기준으로 Nanovea 사의 미소압입시험기를 이용하여 미소단위 계장화 압입 시험을 진행하였다.

기준 시편과 각 후처리에 대해 온도/가압조건 별 15 번 이상의 압입을 시행하였으며 압흔 간격은 100um 로 증착된 면을 따라 차례대로 압입하였다.

압입속도 1N/min, 최대 압입 하중 0.5N, 하중 유지 시간 10 초, 하중 제거 속도 1N/min 이다. 다이아몬드 버코비치(berkovich)압입자를 사용하였다.

3.5 전자 후방 산란 회절 분석

후처리 효과를 미세조직 측면에서 분석하기 위하여 전자 후방 산란 회절 (Electron backscatter diffraction)을 활용하여 미세조직 이미지를 분석하였다. HITACHI SU-70 Schottky 전계방출 전자총 주사 현미경을 사용하였고 전자 후방 산란 회절 분석 장치는 EDAX사의 Hikari EBSD detector, 분석 프로그램은 EDAX사의 TSL OIM Analysis 6를 사용하였다. 기준 시편을 포함하여 각 조건의 후처리 한 시편들의 텅스텐 피막 부분을 1200 배 확대하였고 step size 0.15um 조건에서 분석하였다

4. 결과 및 토론

4.1 기준시편 미세조직 관찰 및 경도 측정

모재 기판에 텅스텐 분말을 상압 플라즈마 용사한 후 후처리를 하지 않은 기준 시편에 대한 기본적인 정보를 파악하기 위해 단면 절단 후 현미경 관찰과 미소 압입 시험을 진행하였다. 현미경 사진을 통해서 관찰한 결과 그림16에서 확인할 수 있듯이 용사 코팅 특성 상 용사 기체에 의해 모재에 분말 용융 덩어리들의 순차적인 축적으로 인한 각 덩어리들 사이들이 눈에 띄게 되는데 이를 스플랫 바운더리(Splat boundary)라고 부른다. 스플랫 바운더리가 텅스텐 피막의 전반적인 물성을 저해하기 때문에 열처리를 통하여 없애려는 노력들이 있어왔다. [6] 스플랫 바운더리는 광학현미경을 통해 관찰할 수 있으나 주사 전자 현미경으로도 명확하게 확인이 가능하며(그림 17) EBSD를 통해 스플랫 내부에도 다양한 크기를 가지는 결정립들이 우선 방위 없이 불규칙하게 분포함을 알 수 있다. (그림 18) 모재에 텅스텐 스플랫이 축적되는 과정에서 모재와 용융 텅스텐 덩어리(스플랫) 사이의 급격한 온도 차이에 의해 용융점이 내부로 전달되는 속도가 결정입자의 성장 속도보다 작기 때문에 결정의 성장 방향이 정해져 한 개의 스플랫 내부의 결정 구조가 마치 주상 구조를 이루고 있음을 추가적으로 확인할 수 있다. 기판과의 접촉으로 인해 순간적이고 빠른 속도로 응고가 진행되어 우선방위를 띄는

결정이 성장할 만한 충분한 시간을 확보하지 못하는 것으로 보인다.

융합로 내부 텅스텐 피막의 기계적 물성을 평가하는 국제기준의 상세 요건 항목 중 하나로 경도가 있는데 본 연구에서 경도치를 정량화하고 추후 후처리 시편과 비교하기 위하여 시편의 단면에 미소 압입시험을 진행하였다. (그림 19) 플라즈마 대면재는 지속적인 플라즈마 입자 및 열 조사를 받게 되어 부식확률이 높고 따라서 재료 수명이 단축된다. [26]

인성, 연성, 경도 등 플라즈마 입자 조사에 저항하고 수명을 오래 지속 할 수 있다고 평가할 수 있는 기계적 물성은 다양하지만, 본 연구에서는 경도에 집중하고 ITER와 DEMO 권고 사항의 경도 기준치를 목표로 삼고 실험을 진행하였다. 권고 사항의 경도 하중은 HV30으로 약 300N의 하중으로 압입해야 하나 현재 최적화된 상압 플라즈마 용사법으로 텅스텐 피막을 내구성 있게 쌓을 수 있는 높이는 약 200um으로, 300N의 하중으로 압입을 할 경우 하중 영향부가 이 두께를 훨씬 초과하기 때문에 텅스텐 피막만의 물성을 평가하기에 적합하지 않으므로 본 실험에서는 압흔의 크기를 고려하여 0.5N의 최대 하중으로 모든 종류의 시편 사이의 관계를 비교하려고 한다.

후처리 전 시편에서 측정된 경도는 122HV(표준편차 27)이다. 용사된 텅스텐 피막이 아닌 텅스텐 블록의 경도는 블록의 제작 방식이나 원료가 되는 텅스텐 분말에 따라서 달라질 수 있지만 기준

시편 텅스텐 피막의 원료 분말로 제작된 블록의 경도는 약 502HV
으로, 대면재 기준 시편의 텅스텐 피막의 경도는 벌크 블록 대비 약
4분의 1 수준이라고 할 수 있다.

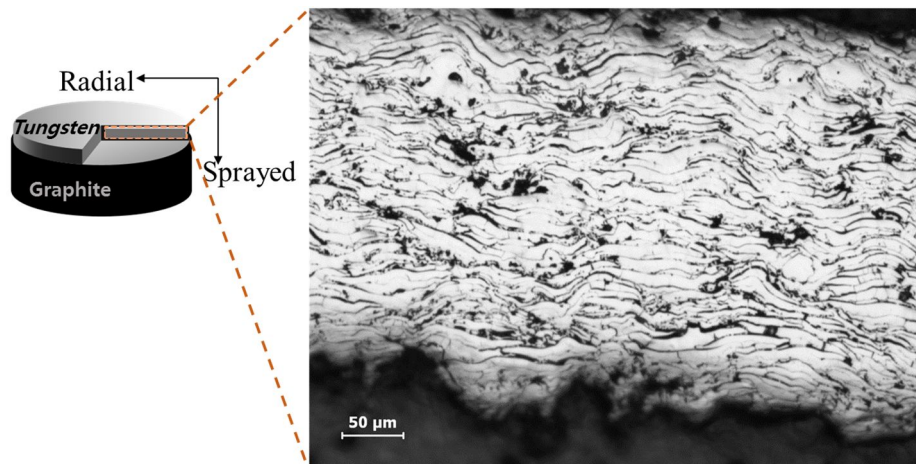


Figure 16. An optical image of cross section of the as-sprayed W film

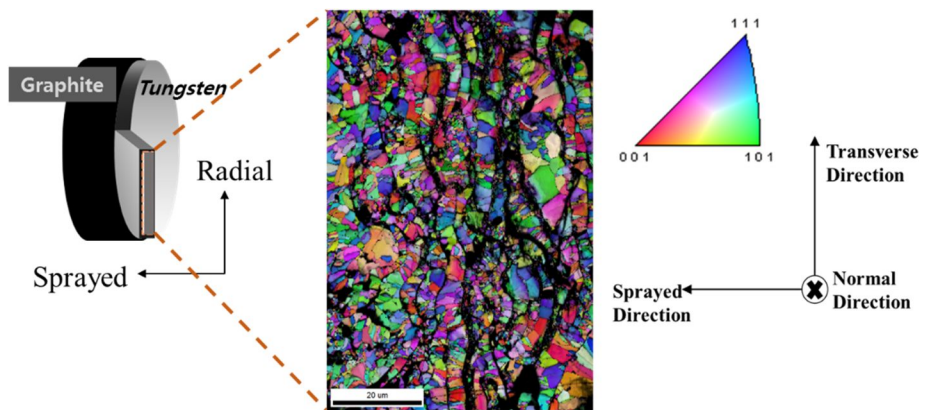


Figure 17. EBSD image of cross section of the as-sprayed W film

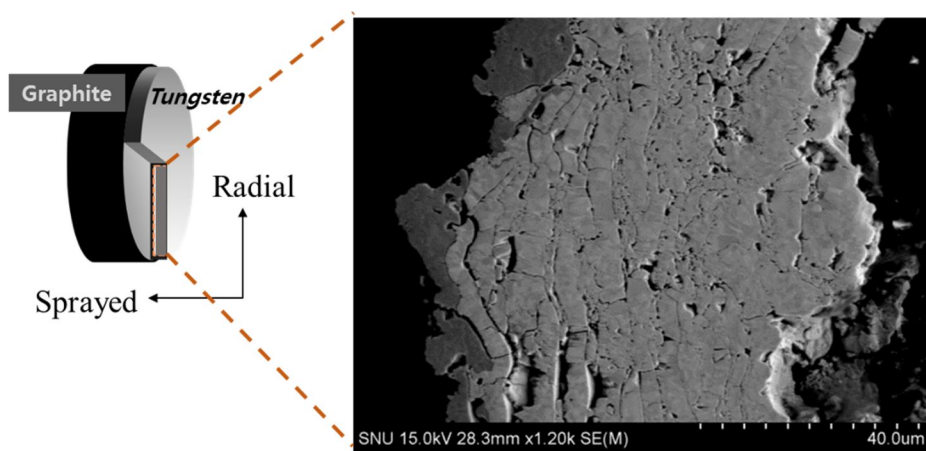


Figure 18. SEM image of cross section of the as-sprayed W film

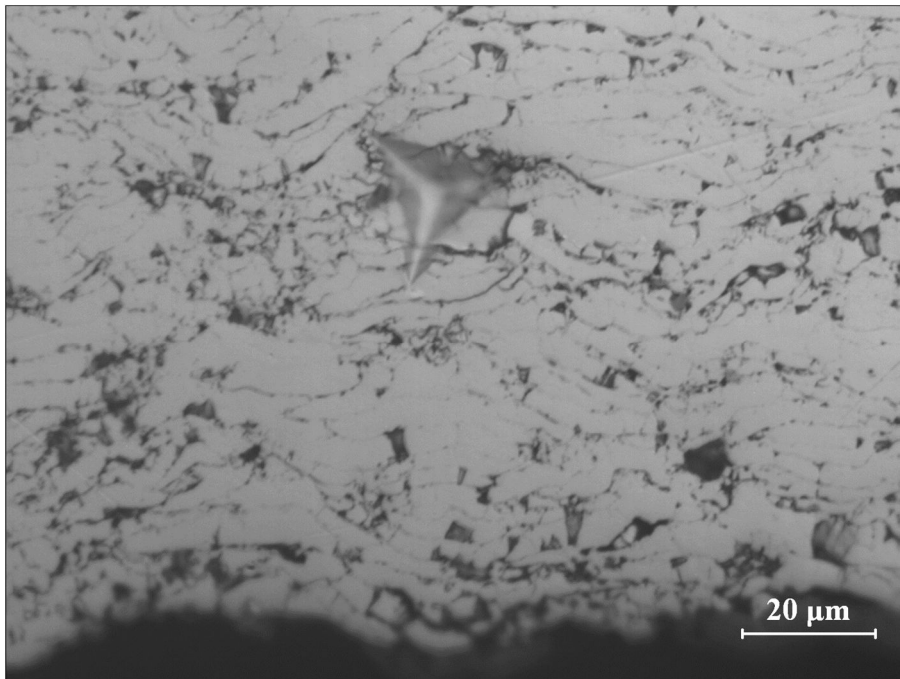


Figure 19. An optical image of the indent mark

4.2 후처리 공정 별 미세조직 변화 비교

기준 시편과 다양한 후처리 후의 시편들의 미세조직을 비교하기 위해 광학, SEM 이미지를 분석하고 EBSD 분석도 함께 진행하였다. 900℃에서 1 시간 진공 열처리한 시편과 900℃, 1000℃, 1100℃의 온도 조건에서 각각 시편의 증착 방향으로 2kN, 3kN 압력을 가한 시편에 대한 텅스텐 피막 미세조직이 광학, SEM 순으로 그림 20에 명시되어 있다. 스플랫 바운더리(Splat boundary)의 측면에서 4.1 기준시편의 미세조직과 비교해보았다. 스플랫 사이의 빈 공간, 즉 기공(Pore)라고 할 수 있는 스플랫 바운더리(Splat boundary)의 비율을 정성적으로 비교해 보았을 때 900℃에서 1 시간 진공 열처리한 시편은 기준 시편과 비슷한 미세조직을 보였다. 다른 후처리 방안으로 시행한 가압 열처리와 펄스 직류를 인가한 후처리의 경우 우선 광학 사진으로 확인한 결과 스플랫 바운더리로 관찰되는 영역이 상당히 줄어든 것을 볼 수 있다. (그림 21~26) 같은 가압 조건일 경우 온도가 높을수록, 같은 온도 조건일 경우 압력을 세게 줄수록 스플랫 바운더리의 영역이 줄어들어 각 스플랫끼리의 간격이 줄어드는 양상을 보인다. 또한 온도/압력 동일 조건에서 단순 가압열처리와 펄스 직류를 인가하여 승온시키는 후처리 이 두 방법의 미세조직을 비교하였을 때, 펄스 직류를 인가한 후처리 후의 미세조직에서 스플랫 바운더리의 부분이 많이

제거되어 조직이 조금 더 치밀성을 띠는 것 또한 확인할 수 있다.

(그림 27~32)

위와 같이 광학으로 관찰한 분석 결과를 주사전자현미경의 입체적인 이미지를 통하여 다시 한 번 확인한 결과 시편에 직접적인 고주파 펄스 직류인가를 통한 승온 열처리가 스폴렛 바운더리의 공간 감소에 효과적이라는 것을 재확인할 수 있었다.

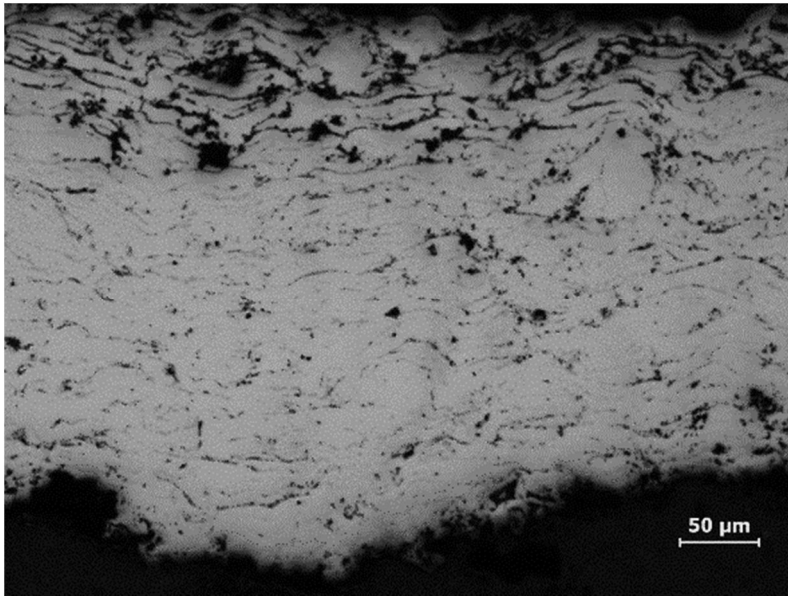
후처리 과정을 거치며 시편에 우선방위가 생성되는지 혹은 결정립 크기의 변화가 생기는지 전자후방산란회절 분석도 추가적으로 진행하였다. 후처리를 거친 대부분의 시편에서 기준 시편 대비 텅스텐 피막에서 우선 방위가 생성되거나 결정 분포가 변하는 양상을 보이지는 않는다. $900^{\circ}\text{C} \sim 1100^{\circ}\text{C}$ 사이의 온도가 텅스텐 소재의 재결정이나 회복을 야기할 만큼 높지 않기 때문으로 보인다. 일반적으로 금속재료의 재결정이 용융점 온도의 $1/3$ 에서 $1/2$ 사이에 위치해 있고 텅스텐의 재결정 온도는 $1300 \sim 1500^{\circ}\text{C}$ 에 위치해 있다고 알려져 있어 본 연구 실험들의 온도 조건 범위가 재결정 온도에 못 미치는 때문에 전자후방산란회절 분석에서 주목할 만한 결정 분포의 변화가 관찰되지 않았다고 볼 수 있다.

(그림 33~38)

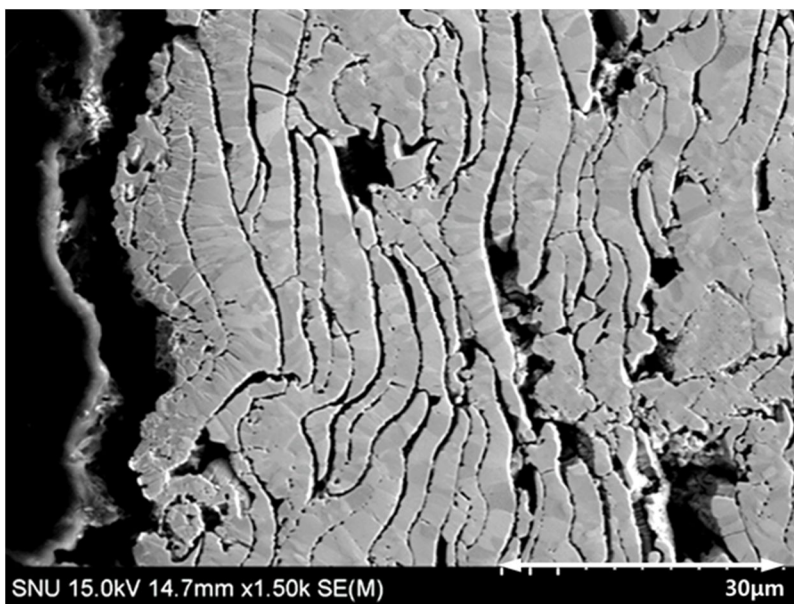
후처리를 거친 텅스텐 피막에 눈에 띄는 집합조직이 나타나지 않았는지를 확인하기 위해 텅스텐이 체심 입방 결정 구조를 가짐을 고려하여 (110)면의 극점도를 확인하였고, 그림 39 에 나타내었다.

특정 집합조직을 보이지 않는다는 것을 다시 확인할 수 있었다. 또한 각 결정립의 방위차를 비교하여 각 방위차와 그에 해당하는 분율에 대한 분포를 그래프(misorientation angle profile)로 나타내었다. (그림 40) 일반적인 유도 가압열처리를 한 시편에 비해 펄스 직류를 가한 시편은 저각결정립계(low angle grain boundary)의 비율이 낮고 고각결정립계(high angle grain boundary)의 비율이 높은 것을 볼 수 있다. 평균 결정립 크기 역시 펄스 직류를 가한 시편에서 더 큰 것으로 보아(그림 41) 전류에 의해 재결정이 촉진된 것으로 보인다.

펄스 직류를 가하였을 때, 텅스텐 피막에서의 각 스플랫들이 밀착되어 각 스플랫 사이의 빈 공간(void)들이 효과적으로 사라진 것은 전류에 의해 원자확산이 촉진되었기 때문으로 추정된다. [27][28] 단순 가압 열처리와 펄스 직류에 의한 후처리 사이의 비교를 통해 공공(vacancy)과 텅스텐원자들의 확산이 단순히 온도에 의한 요인이 아니라 전류에 의해 촉진되어 스플랫 사이의 빈 공간들이 효과적으로 제거되었음을 예측할 수 있다.



(a)



(b)

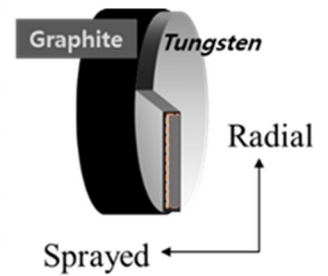


Figure 20. (a)Optical image and (b)SEM image of cross section of Vacuum heat treatment in 1 hour at 900°C

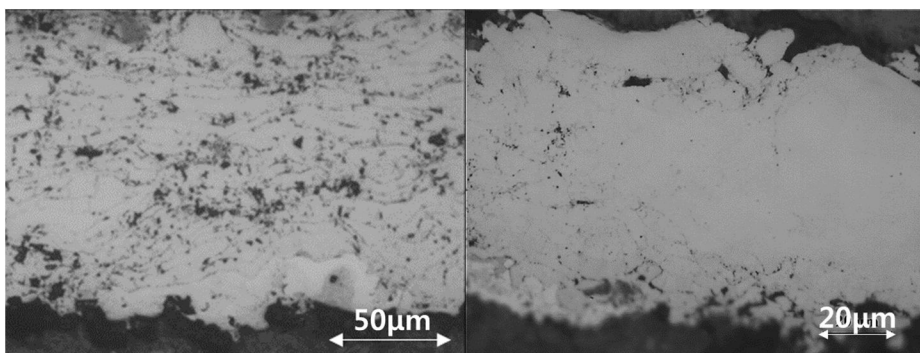


Figure 21. Optical image of cross section of pressurized heat treatment (Left) Pulsed direct current treatment (Right) both at 900°C with pressure of 25MPa during 10minutes

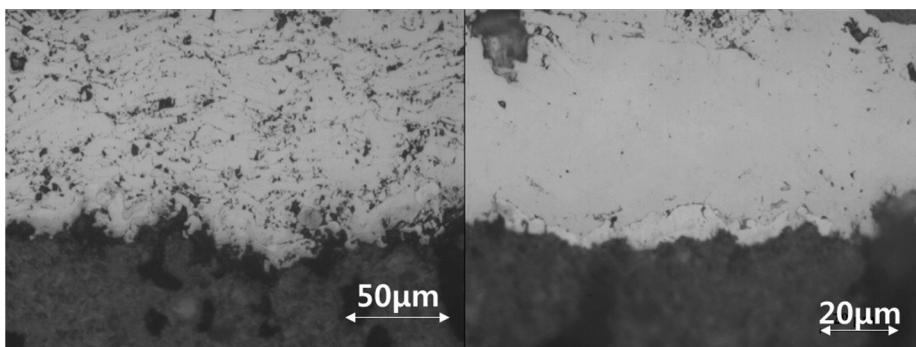


Figure 22. Optical image of cross section of pressurized heat treatment (Left) Pulsed direct current treatment (Right) both at 900°C with pressure of 38MPa during 10minutes

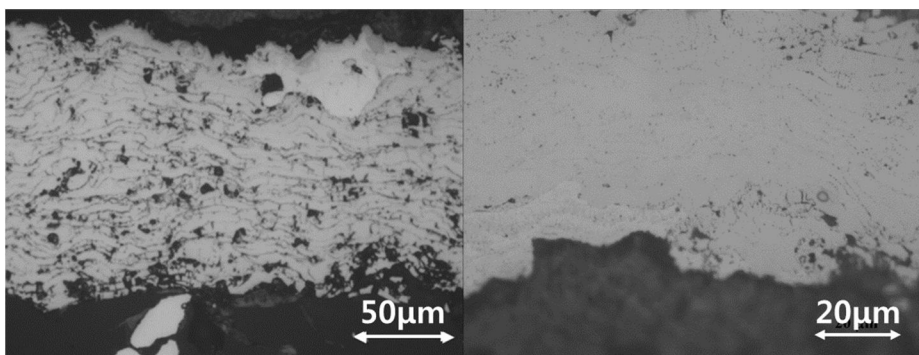


Figure 23. Optical image of cross section of pressurized heat treatment (Left) Pulsed direct current treatment (Right) both at 1000°C with pressure of 25MPa during 10minutes

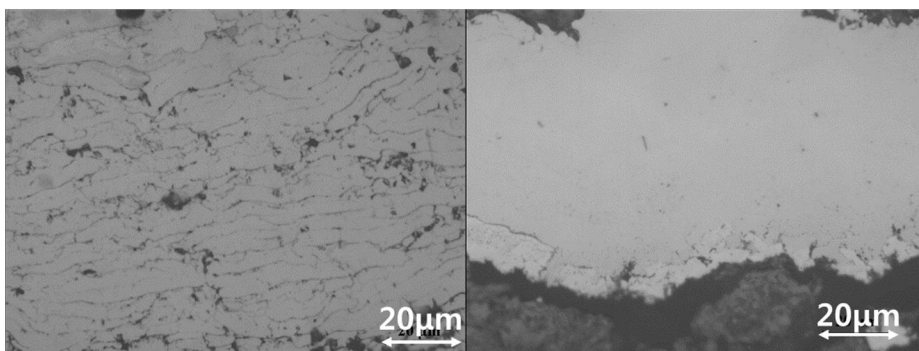


Figure 24. Optical image of cross section of pressurized heat treatment (Left) Pulsed direct current treatment (Right) both at 1000°C with pressure of 38MPa during 10minutes

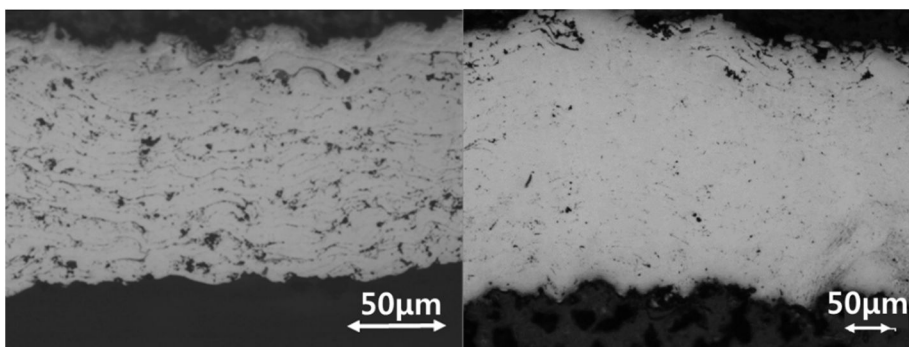


Figure 25. Optical image of cross section of pressurized heat treatment (Left) Pulsed direct current treatment (Right) both at 1100°C with pressure of 25MPa during 10minutes

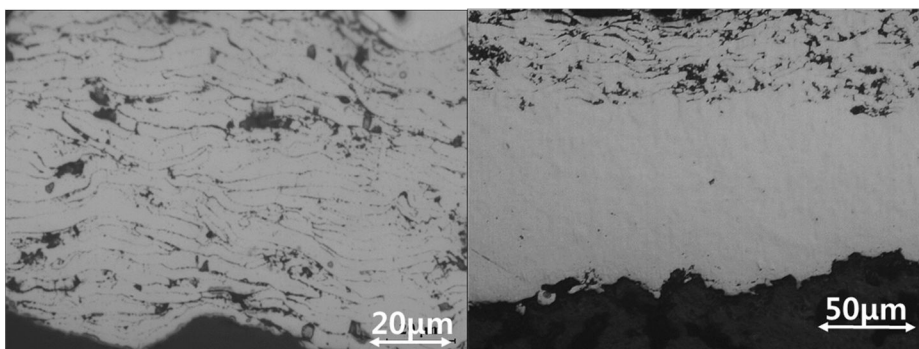


Figure 26. Optical image of cross section of pressurized heat treatment (Left) Pulsed direct current treatment (Right) both at 1100°C with pressure of 38MPa during 10minutes

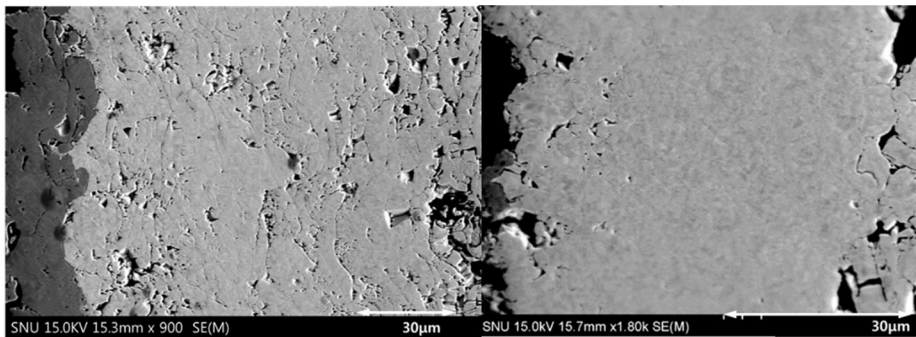


Figure 27. SEM image of cross section of pressurized heat treatment (Left) and Pulsed direct current treatment (Right) both at 900°C with pressure of 25MPa during 10minutes

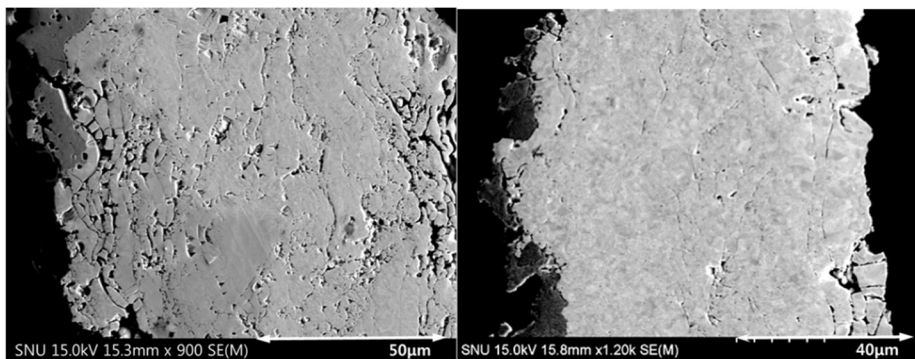


Figure 28. SEM image of cross section of pressurized heat treatment (Left) and Pulsed direct current treatment (Right) both at 900°C with pressure of 38MPa during 10minutes

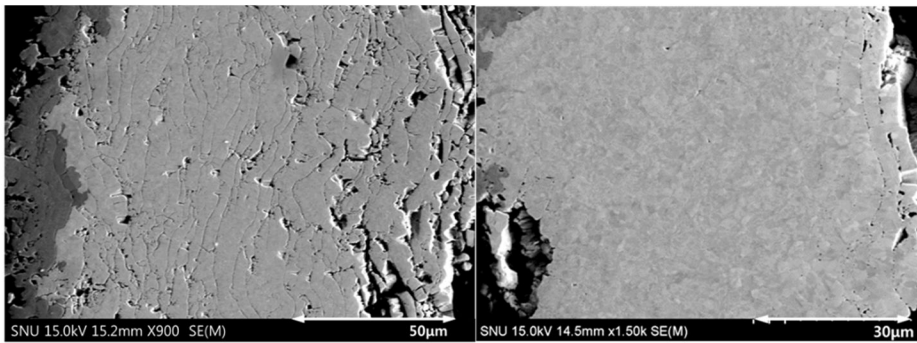


Figure 29. SEM image of cross section of pressurized heat treatment (Left) and Pulsed direct current treatment (Right) both at 1000°C with pressure of 25MPa during 10minutes

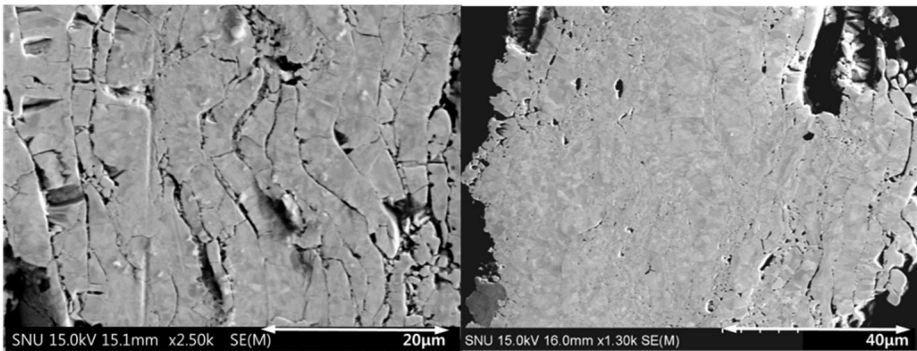


Figure 30. SEM image of cross section of pressurized heat treatment (Left) and Pulsed direct current treatment (Right) both at 1000°C with pressure of 38MPa during 10minutes

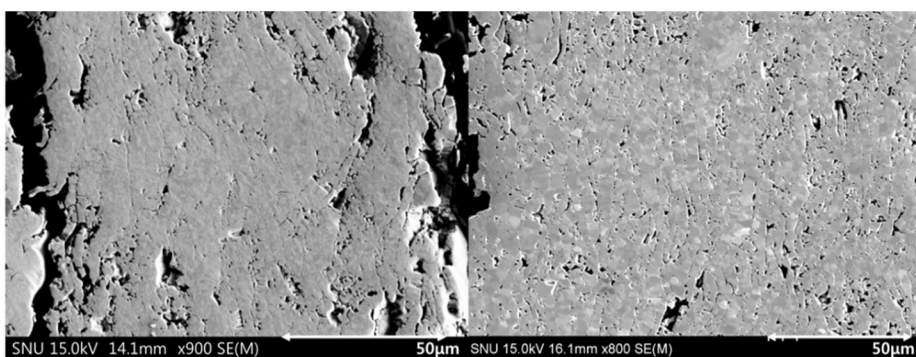


Figure 31. SEM image of cross section of pressurized heat treatment (Left) and Pulsed direct current treatment (Right) both at 1100°C with pressure of 25MPa during 10minutes

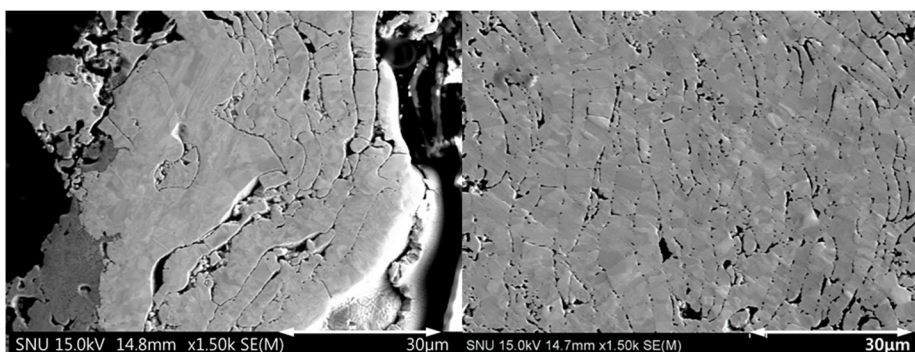


Figure 32. SEM image of cross section of pressurized heat treatment (Left) and Pulsed direct current treatment (Right) both at 1100°C with pressure of 38MPa during 10minutes

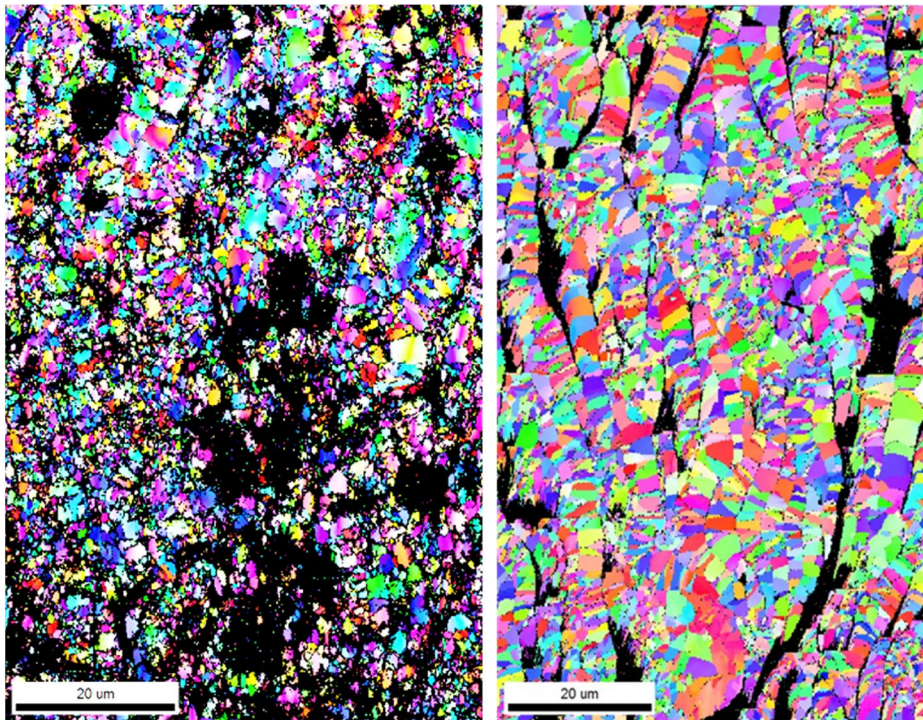
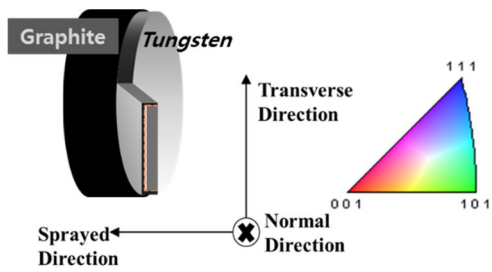


Figure 33. EBSD image of cross section of pressurized heat treatment (Left) and Pulsed direct current treatment (Right) both at 900°C with pressure of 25MPa during 10minutes

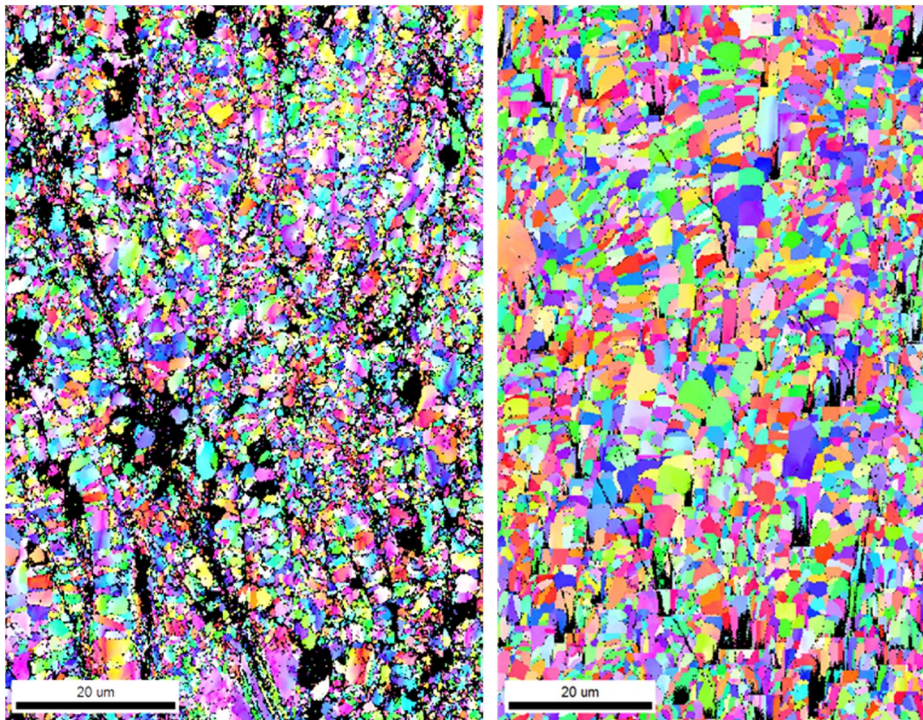


Figure 34. EBSD image of cross section of pressurized heat treatment (Left) and Pulsed direct current treatment (Right) both at 900°C with pressure of 38MPa during 10minutes

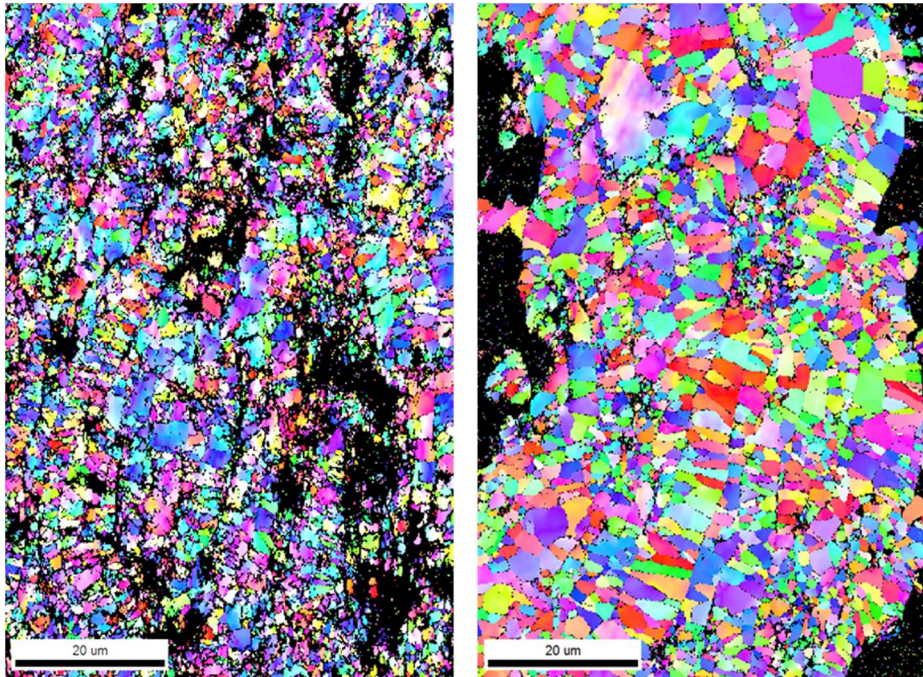


Figure 35. EBSD image of cross section of pressurized heat treatment (Left) and Pulsed direct current treatment (Right) both at 1000°C with pressure of 25MPa during 10minutes

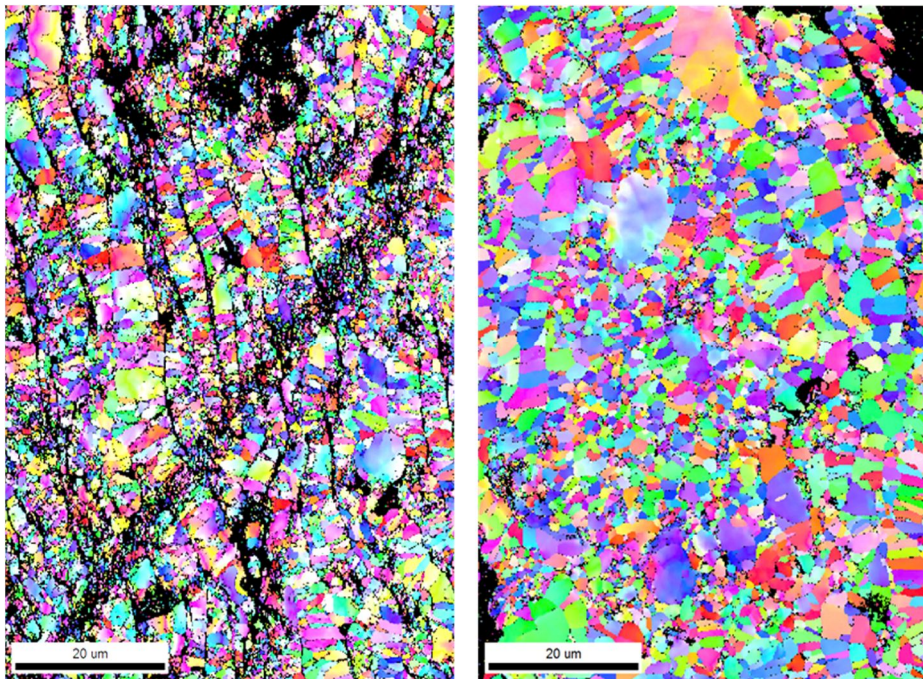


Figure 36. EBSD image of cross section of pressurized heat treatment (Left) and Pulsed direct current treatment (Right) both at 1000°C with pressure of 38MPa during 10minutes

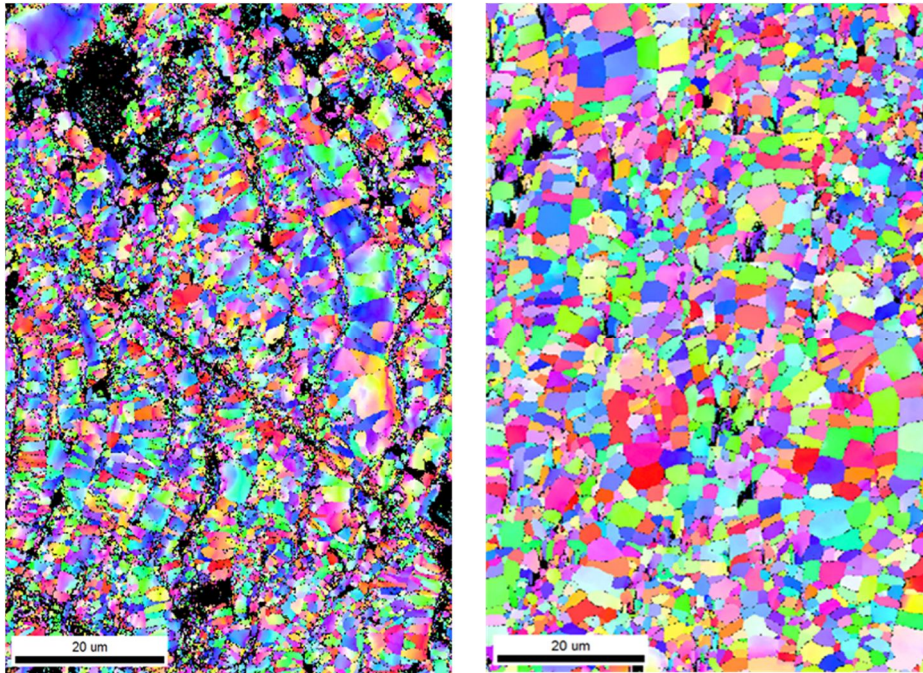


Figure 37. EBSD image of cross section of pressurized heat treatment (Left) and Pulsed direct current treatment (Right) both at 1100°C with pressure of 25MPa during 10minutes

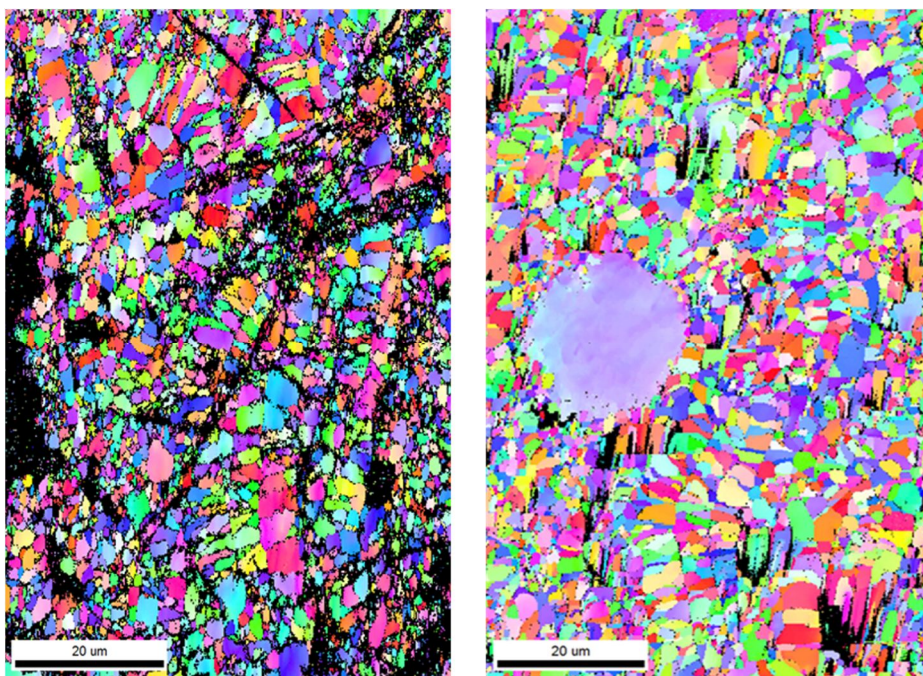


Figure 38. EBSD image of cross section of pressurized heat treatment (Left) and Pulsed direct current treatment (Right) both at 1100°C with pressure of 38MPa during 10minutes

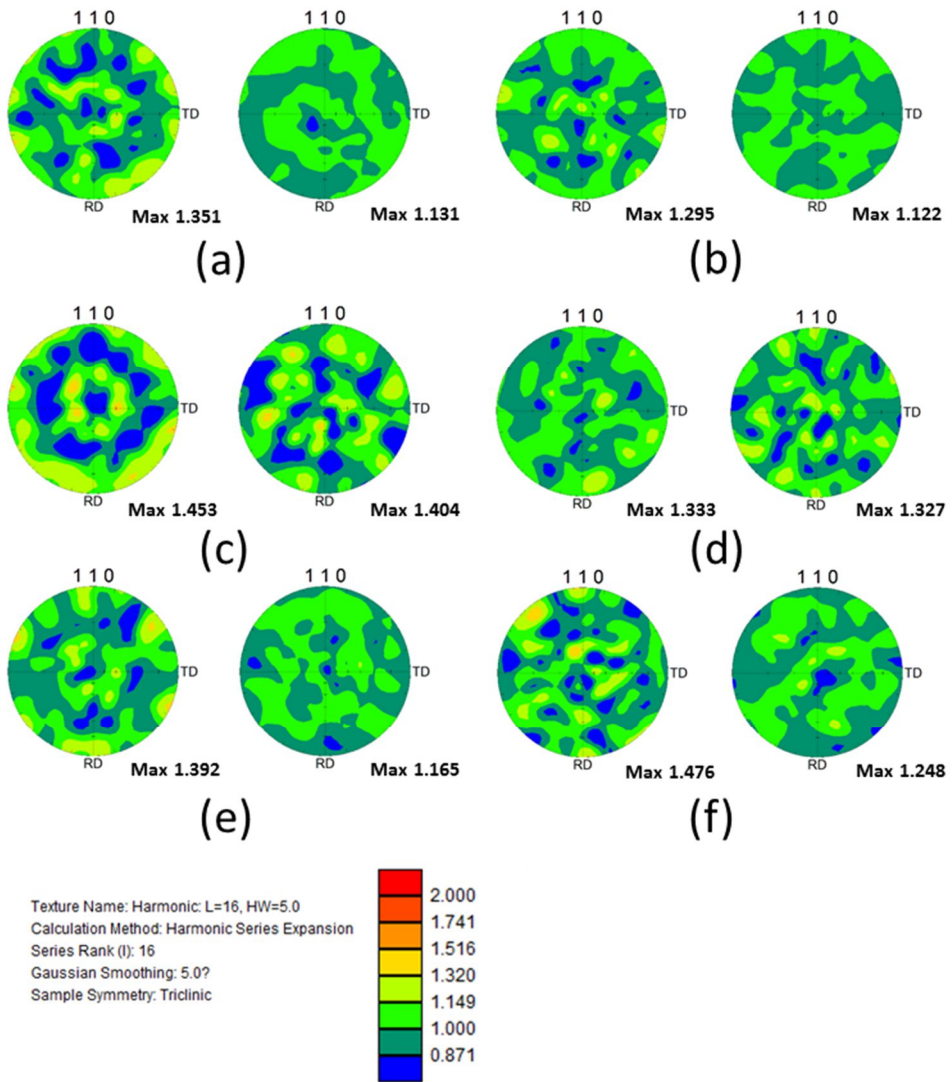


Figure 39. Pole figure map of (110) plane of each specimens. pressurized heat treatment (Left) and Pulsed direct current treatment (Right) (a) both at 900°C with pressure of 25MPa during 10minutes. (b) both at 1000°C with pressure of 38MPa during 10minutes. (c) both at 1000°C with pressure of 25MPa during 10minutes. (d) both at 1000°C with pressure of 38MPa during 10minutes. (e) both at 1100°C with pressure of 25MPa during 10minutes. (f) both at 1100°C with pressure of 38MPa during 10minutes.

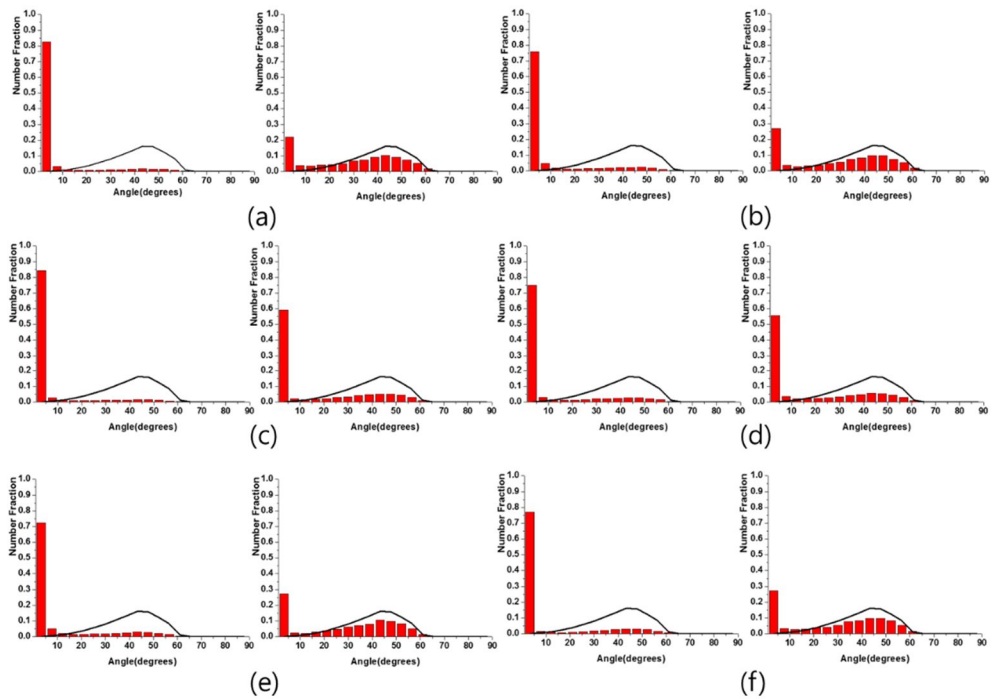


Figure 40. Misorientation angle profile of each specimens.

pressurized heat treatment (Left) and Pulsed direct current treatment (Right) (a) both at 900°C with pressure of 25MPa during 10minutes. (b) both at 1000°C with pressure of 38MPa during 10minutes. (c) both at 1000°C with pressure of 25MPa during 10minutes. (d) both at 1000°C with pressure of 38MPa during 10minutes. (e) both at 1100°C with pressure of 25MPa during 10minutes. (f) both at 1100°C with pressure of 38MPa during 10minutes.

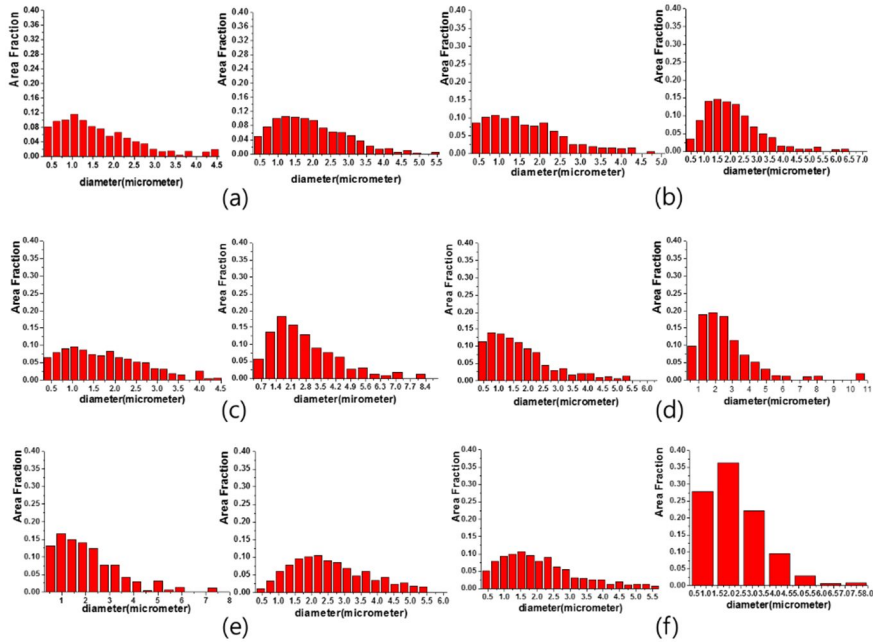


Figure 41. Grain size distribution.

pressurized heat treatment (Left) and Pulsed direct current treatment (Right) (a) both at 900°C with pressure of 25MPa during 10minutes. (b) both at 1000°C with pressure of 38MPa during 10minutes. (c) both at 1000°C with pressure of 25MPa during 10minutes. (d) both at 1000°C with pressure of 38MPa during 10minutes. (e) both at 1100°C with pressure of 25MPa during 10minutes. (f) both at 1100°C with pressure of 38MPa during 10minutes.

4.2 후처리 공정 별 경도 향상 폭 비교

텅스텐 벌크재에 비해 상압 플라즈마 용사된 텅스텐 피막이 낮은 경도를 보이는 이유에는 스플랫 바운더리(Splat boundary)의 영향이 있다고 할 수 있다. [29] 미세조직의 측면에서 스플랫 바운더리의 산재가 피막 전체적 기계적 물성에 악영향을 끼칠 수 있을 만큼 기포와 균열이 상당량 관찰되어 치밀성을 떨어뜨리는 것으로 보였고, 라만 분석을 하였을 때 스플랫 바운더리에서 텅스텐산화물이 검출된 것으로 보아 텅스텐 산화물이 스플랫끼리의 결합력을 방해하는 요소로 작용할 수 있다. [30] 스플랫 바운더리는 텅스텐 피막의 높은 다공도(porosity)에 주요 요인이 되고, 피막이 벌크재에 비해 낮은 경도 값을 보이는 근본적인 이유가 된다.

기준시편의 경도 값으로부터 여러 후처리 조건 별 경도 향상 폭을 비교해보았다. 시편 단면에 연마 작업 후 미소압입시험을 각 압입시험마다 약 100um 이상의 간격을 두고 진행하여 시편 별로 각각 15 회 이상 시험하여 평균을 내었고, 그 결과는 그림 42, 그림 43, 표 1 에 명시된 바와 같이 후처리 별로 비교하였다. 기준시편과 900℃에서 1 시간 진공 열처리 한 시편의 텅스텐 피막 평균 경도는 각각 122.04HV, 134.97HV 이고 각 표준편차는 13.68HV, 9.95HV 이다.

그림 42 은 유도가열 방식을 기반으로 한 가압 열처리를 900℃, 1000℃, 1100℃의 온도에서 각각 2kN, 3kN 의 힘을 텅스텐 피막 증착 방향으로 가한 경우의 경도향상 값을 나타낸 그래프이다. 시편의 치수를 고려하였을 때 2kN, 3kN 의 힘은 압력으로 환산하면 각각 25.47MPa 과 38.21MPa 이다. 표 1 을 참고했을 때 열처리 온도가 높을수록, 그리고 가한 압력이 클수록 경도가 높아지는 것을 볼 수 있다. 열처리 유지 온도가 900℃일 때 가한 압력 25.47MPa, 38.21MPa 각각에 해당하는 시편의 경도는 167.83, 167.87 이며 표준 편차는 30.74HV, 22.02HV 이다. 1000℃의 유지 온도에서는 각 압력의 해당 시편 경도가 259.26HV, 276.15HV 이고 표준 편차는 46.25HV, 54.32HV 이다. 1100℃ 에서 각 압력의 해당 시편 경도는 각 압력 당 282.02HV, 286.95HV 이고 표준 편차는 각각 59.32HV, 66.22HV 이다. 표준 편차의 범위가 각 온도, 압력 조건마다 겹치기는 하나 평균값의 경향성으로 보아 온도와 압력이 증가함에 따라 경도가 향상된다고 할 수 있다.

그림 43 는 고주파 펄스 직류를 시편에 흘려 온도를 올리는 후처리 방법에서의 경도 향상 폭을 나타낸 그래프이다. 앞의 유도가열을 이용한 가압열처리의 경우와 마찬가지로 열처리 온도가 높을수록, 가한 압력이 클수록 경도가 높아지는 양상은 비슷하다. 표 1 을 참고하면 유지 온도가 900℃, 압력이 25.47MPa, 38.21MPa 일 때 측정된 시편의 경도 값은 각각 평균 212.12HV, 247.35HV 이고 표준

편차는 56.75HV, 32.02HV 이다. 유지 온도 1000℃일 때 각 압력에 해당하는 시편 평균 경도는 340.25HV, 358.52HV 이고 표준 편차 41.80HV, 56.52HV 이다. 마지막으로 1100℃일 때 각 압력에 해당하는 시편의 평균 경도는 363.16HV, 363.11HV 이고 각 표준 편차는 46.90HV, 23.87HV 이다.

Thermecmastor 장비를 이용한 유도가열에 의한 가압 열처리와 방전 플라즈마 소결 장치를 이용한 고주파 펄스 직류 인가 후처리, 이 두 방안에 대해서 동일 온도/압력/유지시간 조건일 때 고주파 펄스 직류를 흘려 승온한 후처리 방안에서 외부 유도가열을 통해 승온하여 가압한 후처리보다 텅스텐 피막의 경도 향상이 큰 것을 알 수 있다. 이 때 텅스텐 벌크재의 경도는 앞서 텅스텐 피막 시험과 동일한 최대 하중 0.5N 으로 압입 했을 때 평균 경도값이 약 501HV 로 측정되었다. 결과적으로 펄스 직류를 시편에 직접 흘려주는 후처리를 통해 벌크재 경도의 70 퍼센트를 넘는 텅스텐 피막 경도를 얻을 수 있게 된다.

각종 플라즈마 입자 조사를 받게 되는 핵융합로 대면재가 침식이 되는 속도를 늦춤으로써 반복적으로 보강해야 하는 텅스텐 피막의 보강 주기를 늘리고 반응 플라즈마에 불순물로 작용할 수 있는 침식으로 발생한 텅스텐 부산물의 시간 당 생성률을 줄일 수 있을 것으로 기대할 수 있다.

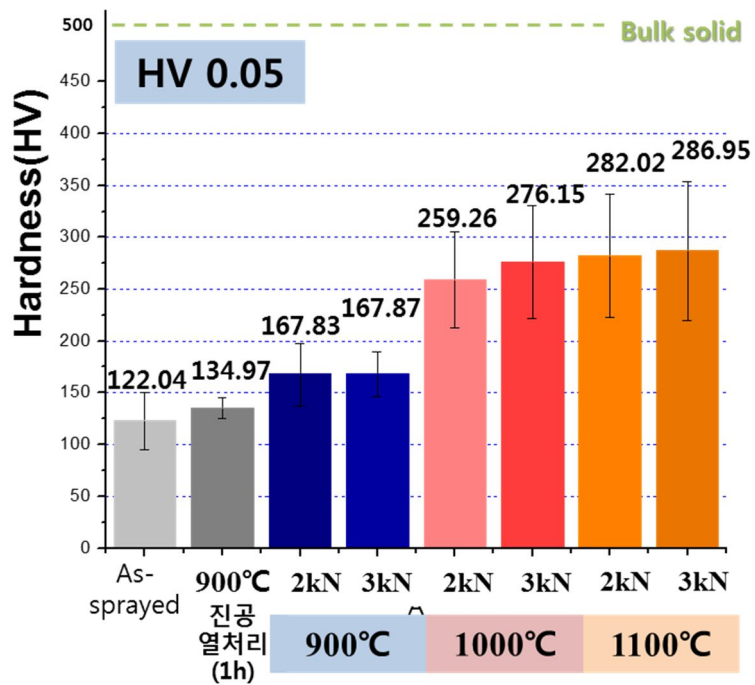


Figure 42. Hardness comparison between several conditions in pressurized heat treatment with Thermecmastor

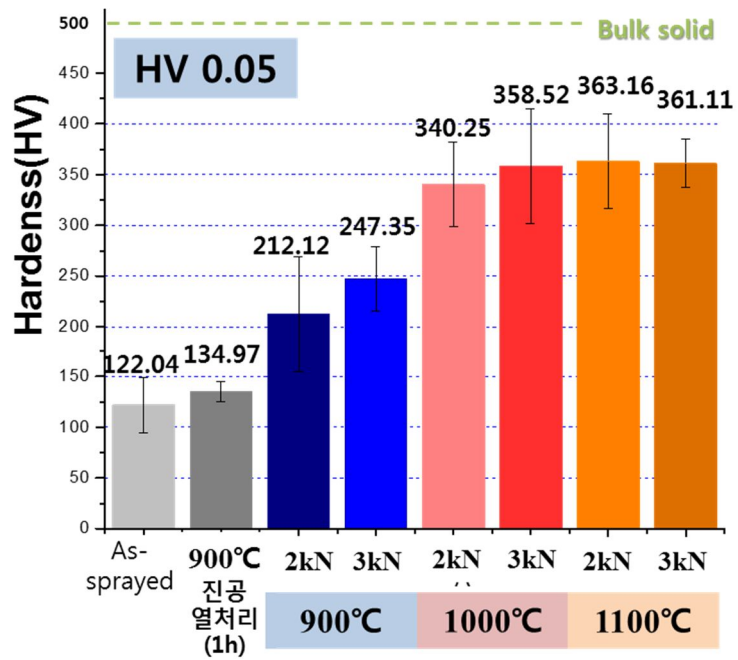


Figure 43. Hardness comparison between several conditions in high frequency Pulsed direct current treatment

HV 0.05	900°C		1000°C		1100°C	
Temperature						
Pressure(Force)	25MPa (2kN)	38MPa (3kN)	25MPa (2kN)	38MPa (3kN)	25MPa (2kN)	38MPa (3kN)
Heat treatment with pressure (HV) [Standard Deviation]	167.83 [30.74]	167.87 [22.02]	259.26 [46.25]	276.15 [54.32]	282.02 [59.32]	286.95 [66.22]
High frequency-pulsed direct current post treatment (HV) [Standard Deviation]	212.12 [56.75]	247.35 [32.02]	340.25 [41.80]	358.52 [56.52]	363.16 [46.90]	361.11 [23.87]
					AVG(HV)[SD]	
					AS-Sprayed	
					900°C 1h heat treatment	
					122.04 [13.68]	
					134.97 [9.95]	

Table 1. Hardness comparison between each post treatment applied in this research

5. 결론

핵융합로 대면재의 제작 방식 중 하나인 상압 플라즈마 용사법으로 증착시킨 텅스텐 피막은 핵융합로에 적용하기 위해서는 기계적 물성의 강화가 필요하다. 증착 후 기준 시편 단면의 텅스텐 피막에 대해 미소 압입 시험을 통한 경도 측정, 미세조직 관찰을 통해 용사법의 특성 상 스플랫 바운더리의 산재와 이에 따른 경도 저하가 있음을 확인하였고, 후처리 방안을 강구하여 경도를 향상시키려고 하였다. 미세조직 관찰로 확인한 스플랫 바운더리의 공간을 줄이며 경도 향상을 이끌어 낼 수 있는 후처리 방법으로 진공열처리, 가압열처리, 고주파 펄스 직류 인가 열처리를 추진하여 각 실험 후 미세조직과 경도 값을 비교분석하였다. 진공열처리는 미세구조가 기준 시편과 거의 동일하고 스플랫 바운더리의 공간이 줄어드는 것이 정성적으로 관찰되지 않았다. 경도 값도 기준 시편 대비 크게 나이지 않았다. 고주파 펄스 직류 인가에 의한 승온 열처리 방안을 시행하였고 전류 인가의 효과를 비교하기 위하여 동일한 온도/압력/유지시간 조건으로 유도 가압 열처리를 추가적으로 시행하여 이 두 후처리를 거친 각각의 시편에 대해 미세조직과 경도를 비교하였다. 두 후처리 모두, 앞서 시행했던 단순 진공 열처리를 시행했을 때보다 경도가 증가하고 미세조직이 개선됨을 확인하였다. 따라서 약간의 압력이 기계적 물성의 향상에 기여함을 알 수 있었다. 동일 온도/가압/유지 조건의 시편끼리 비교하였을 때 펄스직류를 인가한 승온 열

처리 방안이 일반 열처리에 동일 압력을 가한 방식보다 측정된 경도 향상 폭이 훨씬 컸을 뿐 아니라, 미세조직사진에서 스플랫 바운더리 공간을 비교하였을 때 펄스직류 인가 시 스플랫 바운더리의 공간이 더 큰 폭으로 줄어들어 스플랫끼리 더 밀착된, 치밀한 조직을 관찰할 수 있었다. 결과적으로 본 연구의 실험 조건들에서 펄스직류의 인가를 통해 경도 향상을 벌크재의 70 퍼센트에 도달하게 끌어올릴 수 있었다.

참고 문헌

- [1] 2012 핵융합 에너지 정책 백서, NFRI
- [2] C M Braams, P E stott, Nuclear fusion: Half a century of Magnetic Confinement Fusion Research, Taylor & Francis, 2002
- [3] G. McCracken, P. Stott, Fusion: The Energy of the Universe, Academic Press, 2005
- [4] T. Weber, J. Aktaa: FUSION ENG DES, vol.86 (2011) 220–226
- [5] G. Pintsuk, I. Smid, J.-E. Döring, W. Hohenauer, J. Linke: J MATER SCI, vol.42 (2007) 30–39.
- [6] J.Y Park, S.J Yang, Y.G Jin, C.R Park, G.H Kim, H.N Han: MET MATER INT, Vol. 20, No. 6(2014) 1037-1042
- [7] Raymond L. Murray, Nuclear Energy (6th Edition): An Introduction to the Concepts, System, and Applications of Nuclear Processes, Butterworth
- [8] D.K Park, A Dream Energy: Nuclear fusion, Chonpa publishing house(1997)-ISBN: 8970441832
- [9] R. Tivey, M. Akiba, D. Driemeyer, I. Mazul, M. Merola, M. Ulrickson, ITER R&D: FUSION ENG DES, vol.55 (2001) 219–229
- [10] P. Norajitraa, Said I. Abdel-Khalikb, L. M. Giancarlic, T. Ihlia, G.Janeschitz, S.Malangd, I. V. Mazule, P.Sardainf: FUSION ENG DES, Vol. 83(2008)893–902
- [11] K. Tokunaga a, N. Yoshida , N. Noda , Y. Kubota , S. Inagaki , R. Sakamoto , T. Sogabe , L. Ploch, J NUCL MATER, vol.266(1999) 1224-

- [12] I Smid, M Akiba, G Vieider, L Plöchl: J NUCL MATER, Vol.258(1998) 160-172
- [13] H.K. Kang: J NUCL MATER vol.335 (2004) 1–4
- [14] G. S. cho, K. H. choe: SURF COAT TECH, vol. 209(2012) 131-136
- [15] B. Riccardi, R. Montanari, M. Casadei , G. Costanza , G. Filacchioni , A. Moriani: J NUCL MATER, vol.352 (2006) 29–35
- [16] M. Bisio, V. Branca, M. Di Marco, A. Federici, M. Grattarola, G. Gualco , P. Guarnone , U. Luconi , M. Merola , C. Ozzanoa, G. Pasquale, P. Poggi , S. Rizzo , F. Varone: FUSION ENG DES, vol.75–79 (2005) 277–283
- [17] R.F.Smart and J.A.Catherall, Plasma Spraying, Mill & Boon Limited, 1972.
- [18] P Fauchais: J. Phys. D: Appl. Phys. Vol.37 (2004) R86–R108
- [19] Z.Zhou, S. Guo, S. Song, W. Yao, C. Ge: FUSION ENG DES, vol.86 (2011) 1625–1629
- [20] Z.Zhou, S. Songa, W. Yao, G. Pintsuk, J. Linkeb, S. Guo, C. Ge: FUSION ENG DES, vol.85 (2010) 1720–1723
- [21] 홍상희 외 4인: 핵융합로연구 제 1차년도 연차보고서, 1996
- [22] H. Lee and J. H. Lee: 대한기계학회논문집 A권, 제 32권(2008) 제 10호, 805-816
- [23] Mark R.: J RES NATL INST STAN, Vol.108(2003) 4
- [24] S. Courtas, M. Grégoire, X. Federspiel, N. Bicaïs-Lepinay, C. Wyon: MICROELECTRON RELIAB, vol.46 (2006) 1530–1535

- [25] 허무영, 철강재료의 집합조직 첫걸음, 문운당 (ISBN 979-11-85224-70-1)
- [26] Y. Ueda, J.W. Coenen, G. De Temmerman, R.P. Doerner, J. Linke, V. Philipps, E. Tsitrone: FUSION ENG DES, Vol.89(2014) 901–906
- [27] M. J. Kim, K. Lee, K. H. Oh, I. Choi, H. Yu, S. Hong and H.N. Han: SCRIPTA MATER vol.75 (2014) 58–61
- [28] J. Roh, J. Seo , S. Hong, M. J. Kim , H. N. Han, J. T. Roth: INT J PLASTICITY, vol.58 (2014) 84–99
- [29] R.S. Lima, B.R. Marple: SURF COAT TECH, vol.200 (2006) 3428–3437
- [30] R. Dhiman, A.G. McDonald, S. Chandra: SURF COAT TECH, vol.201 (2007) 7789–7801
- [31] D. J. PRIOR et al.: AM MINERAL, Vol.84 (1999) 1741–1759
- [32] V. Randle and O. Engler: Introduction to texture analysis: macrotexture, microtexture and orientation mapping, CRCPress(2000)
- [33] D.C.Joy, D.E.Newbury, and D.L.Davidson: J.Appl.Phys., Vol.53(1982) R81
- [34] 김동익: 공학 박사학위 논문 (금속공학과, 서울대학교, 2002)

ABSTRACT

You jung Lee

Materials Science and engineering

The Graduate School

Seoul National University

Nuclear fusion power generation came into spotlight as source of energy in the future, so called “Artificial Sun”. There is huge international ongoing project about nuclear fusion reactor called ITER(International Thermalnuclear Experimental Reactor) which is supported by IAEA(International Atomic Energy Agency) and studied in conjunction with EU, US, Japan, China, Russia, India, and Korea. Not just ITER project, Superconducting tokamak advanced research project in Korea was constructed and numerous researches are currently under way. For improving mechanical properties of tungsten film considered as plasma facing material in nuclear fusion reactor, various post treatments for as-sprayed tungsten film are researched so far.

In this study, finding an efficient and suitable way to improve mechanical property of tungsten film in terms of hardness. Air Plasma

Spray which is candidate of deposition method, causes many splat boundaries and pores throughout the film layer. Splat boundaries are surrounded by tungsten oxides as impurities which is regarded as defects inducing degradation of mechanical properties like cracks. Even if several researches on Vacuum heat treatment, Atmosphere heat treatment, pressurized heat treatment have been in progress, but these trials are reported poor effect on strengthening film properties. In fact, through vacuum heat treatment under vacuum level of 0.001torr at 900 °C during 1 hour and pressurized heat treatment under atmosphere of Ar gas at various temperature/pressure condition, there are some improvement on hardness. After post treatment, Micro-indentation experiments are carried on. Comparing to as-sprayed specimen, there is improvement measured in hardness about 260~280HV with pressurized heat treatment depending on each temperature/pressure condition.

As another alternative plan, we applied high frequency pulsed direct current on tungsten film with small pressure for temperature rising. After this post treatment, for each case of temperature/pressure condition, cross section of each film specimens was observed by microscopes such as optical and SEM. Void space between splat boundaries and size of pore seemed decreased. Also, through micro-indentation examination, we confirmed that mechanical property of

tungsten film was improved by measuring hardness of the film.

Keywords : Plasma-facing material, tungsten film, Air plasma spray, Splat boundaries, Micro-indentation, Hardness, Mechanical property, Pulsed direct current

Student number : 2013-20616